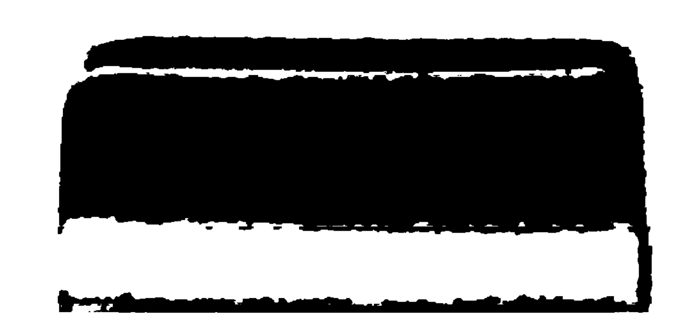
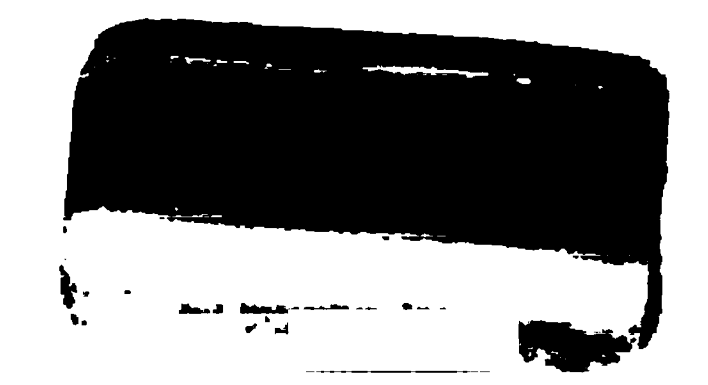
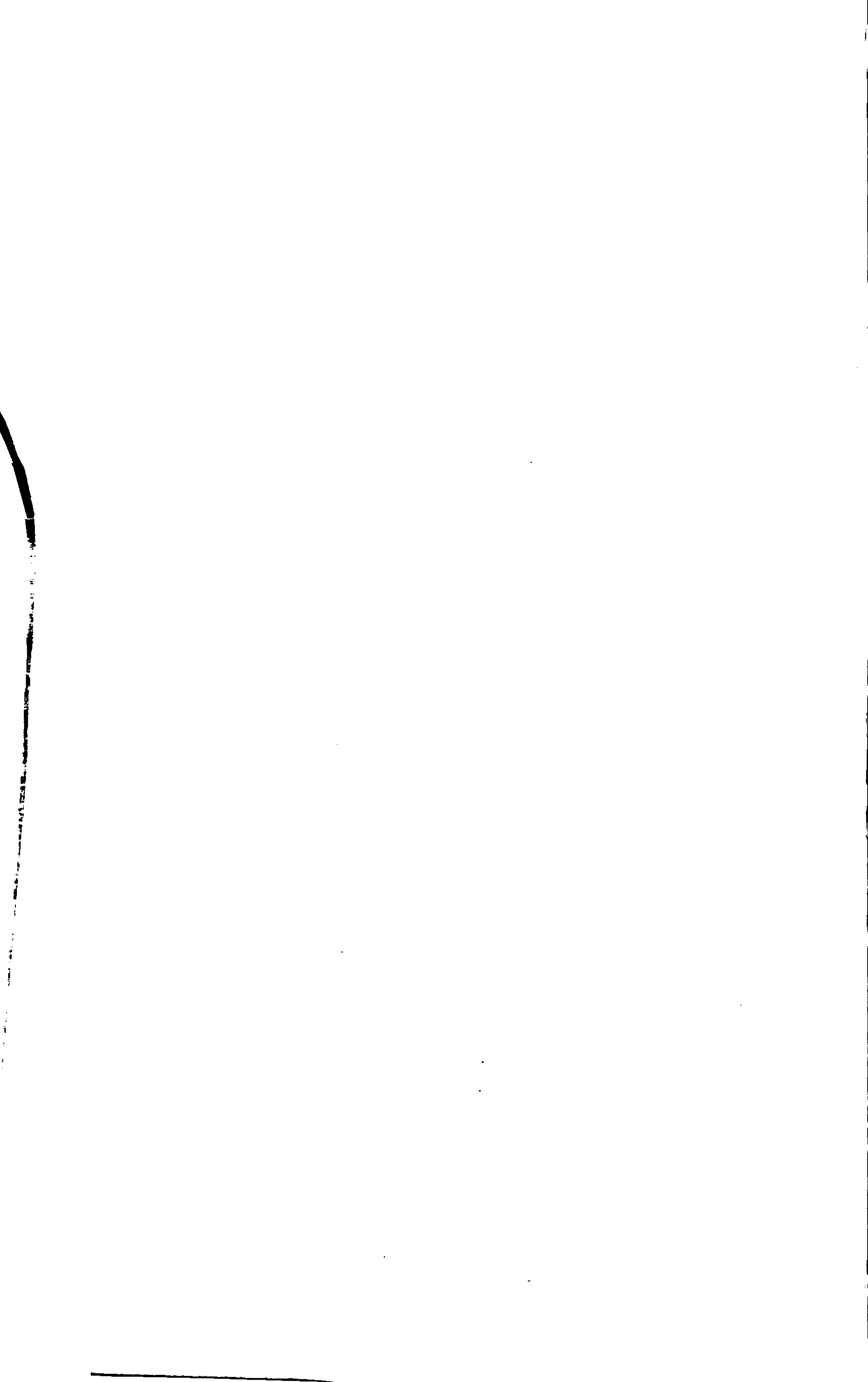










ANLEITUNG ZUR UNTERSUCHUNG

DER FÜR DIE

ZUCKERINDUSTRIE

IN BETRACHT KOMMENDEN

ROHMATERIALIEN, PRODUKTE, NEBENPRODUKTE UND HILFSSUBSTANZEN

Abbildungen
aus dem xylographischen Atelier
von Friedrich Vieweg und Sohn
in Braunschweig

ANLEITUNG ZUR UNTERSUCHUNG

DER FÜR DIE

ZUCKERINDUSTRIE

IN BETRACHT KOMMENDEN

ROHMATERIALIEN, PRODUKTE, NEBENPRODUKTE UND HILFSSUBSTANZEN

FÜR DIE

LABORATORIEN DER ZUCKERFABRIKEN

FÜR CHEMIKER

FABRIKANTEN, LANDWIRTE UND STEUERBEAMTE, SOWIE FÜR TECHNISCHE UND LANDWIRTSCHAFTLICHE LEHRANSTALTEN

VON

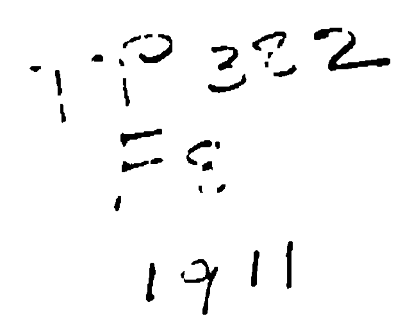
PROF. DR. R. FRÜHLING

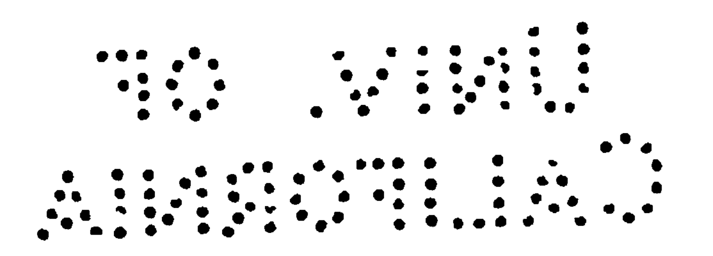
GERICHTLICH VEREIDIGTEM HANDELS-CHEMIKER ZU BRAUNSCHWEIG
STAATLICH ANERKANNT FÜR UNTERSUCHUNG VON NAHRUNGSMITTELN, GENUSSMITTELN UND GEBRAUCHSGEGENSTÄNDEN

SIEBENTE UMGEARBEITETE UND VERMEHRTE AUFLAGE

MIT 140 EINGEDRUCKTEN ABBILDUNGEN

BRAUNSCHWEIG
DRUCK UND VERLAG VON FRIEDRICH VIEWEG UND SOHN
1911





VORWORT.

Unabweisbare Rücksichten auf Verbesserungen, auf beachtenswerte Änderungen und Neuerungen und auf gewisse Vereinbarungen bei der analytischen Untersuchung der in der vorliegenden „Anleitung" behandelten Gegenstände haben die Herausgabe einer neuen, siebenten Auflage notwendig gemacht.

Da bedarf es eines kurzen Hinweises für die, welche das Buch in die Hand nehmen, um ihnen zu zeigen, was, der letzten Ausgabe gegenüber, geändert und verbessert worden ist und was es an tatsächlich Neuem bietet.

Dem Hauptabschnitte „Zucker und zuckerhaltige Stoffe" ist auch der Hauptanteil der Änderungen zugefallen. Zunächst ist das „Allgemeine", die Zusammenfassung des Wesentlichen aus der Chemie der hier behandelten Zuckerarten, auf einen viel breiteren Raum gestellt, so daß die von mancher Seite gelegentlich beklagte Knappheit der früheren Auflagen an dieser Stelle beseitigt erscheinen wird. Die besondere Fürsorge für diesen Ausbau ist das Verdienst meines Geschäftsgenossen, des Herrn Dr. Rössing, der die Mühen der neuen Herausgabe mit mir teilte.

Bei der Besprechung der Polarisationsinstrumente hat die des veralteten Farbenapparats, dessen Gebrauch nicht mehr zulässig, wegfallen können, ebenso die des Wildschen Polaristrobometers, welches dem Techniker vollständig fremd geblieben ist. Neu aufgenommen ist die sinnreiche Pyknometerwägung von Kovár, die Zuckerbestimmung in Säften nach Plahn und bei der Bestimmung des Wassergehalts und der Reinheit in den verschiedenen Fabrikationserzeugnissen die Beschreibung des Abbeschen Refraktometers und seines Gebrauchs nebst den dazugehörigen umfangreichen Tabellen. Es darf wohl angenommen werden, daß die

Benutzung dieses ausgezeichneten Instrumentes in den Laboratorien der Zuckerfabriken mehr und mehr Platz gewinnt.

Bekanntlich hat eine für Ausarbeitung einheitlicher Methoden bei der Betriebskontrolle der Rohzuckerfabriken aus den Kreisen der in der Industrie tätigen Chemiker berufene Kommission, der auch Herr Dr. Rössing angehört, eine Anzahl Arbeitsvorschriften zusammengestellt, welche sich namentlich auf die Untersuchung der Rüben, der Säfte, der Rückstände und der Abwässer beziehen. Selbstverständlich finden sich diese Vorschriften auch in der vorliegenden „Anleitung".

Nach reiflicher Überlegung sind die in den letzten Auflagen enthaltenen Abschnitte über die Untersuchnng der Produkte der Verarbeitung von Melassen auf Zucker mittels Kalk und Strontian, sowie des Strontianits und der strontiumhaltigen Abgänge in der vorliegenden Ausgabe in Wegfall gekommen. Die diesbezüglichen, zurzeit in der Industrie herrschenden Verhältnisse, die auch für die Zukunft eine Änderung nicht erwarten lassen, bieten dem in ihr beschäftigten Chemiker kaum noch Gelegenheit, Arbeiten, wie sie jene beiden Abschnitte behandelten, ausführen zu müssen. Dasselbe gilt für den Abschnitt „Schwefelsäure".

Den andern Abschnitten sind Änderungen mehr oder weniger zuteil geworden. Im Abschnitt „Wasser" ist die Berechnung der Menge der chemischen Zusätze bei der Reinigung von Kesselspeisewasser aufgenommen, der Abschnitt „Brenn- und Heizstoffe" durch Aufnahme der Bestimmung des Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalts durch die Elementaranalyse vermehrt. Vielfache Änderungen weist der Abschnitt „Künstliche Düngemittel" auf, in welchem auch die durch Gewinnung des Luftstickstoffs für die Landwirtschaft neugeschaffenen Hilfsstoffe Berücksichtigung gefunden haben. Im Abschnitt „Melassefutter" ist die Bestimmung des Zuckergehalts vollständig umgearbeitet und die Ermittelung der Menge der Melasseträger hinzugefügt, bei „Zuckerrübensamen" sind die umfangreichen neuen Wiener Normen zum Abdruck gekommen.

Der wieder als Anhang gegebene kurze Abschnitt über die Untersuchung der jetzt so viel in den Handel gebrachten Glykose- und Invertzuckerfabrikate ist ebenfalls umgearbeitet worden und dürfte für manche analytische Aufgabe willkommen sein.

Bei der Berechnung der Analysen und der ausgedehnten Faktorentabelle am Schluß des Buches sind die für 1910 von der wissenschaftlichen Kommission für die Aufstellung der Atomgewichtszahlen festgesetzten Werte zugrunde gelegt.

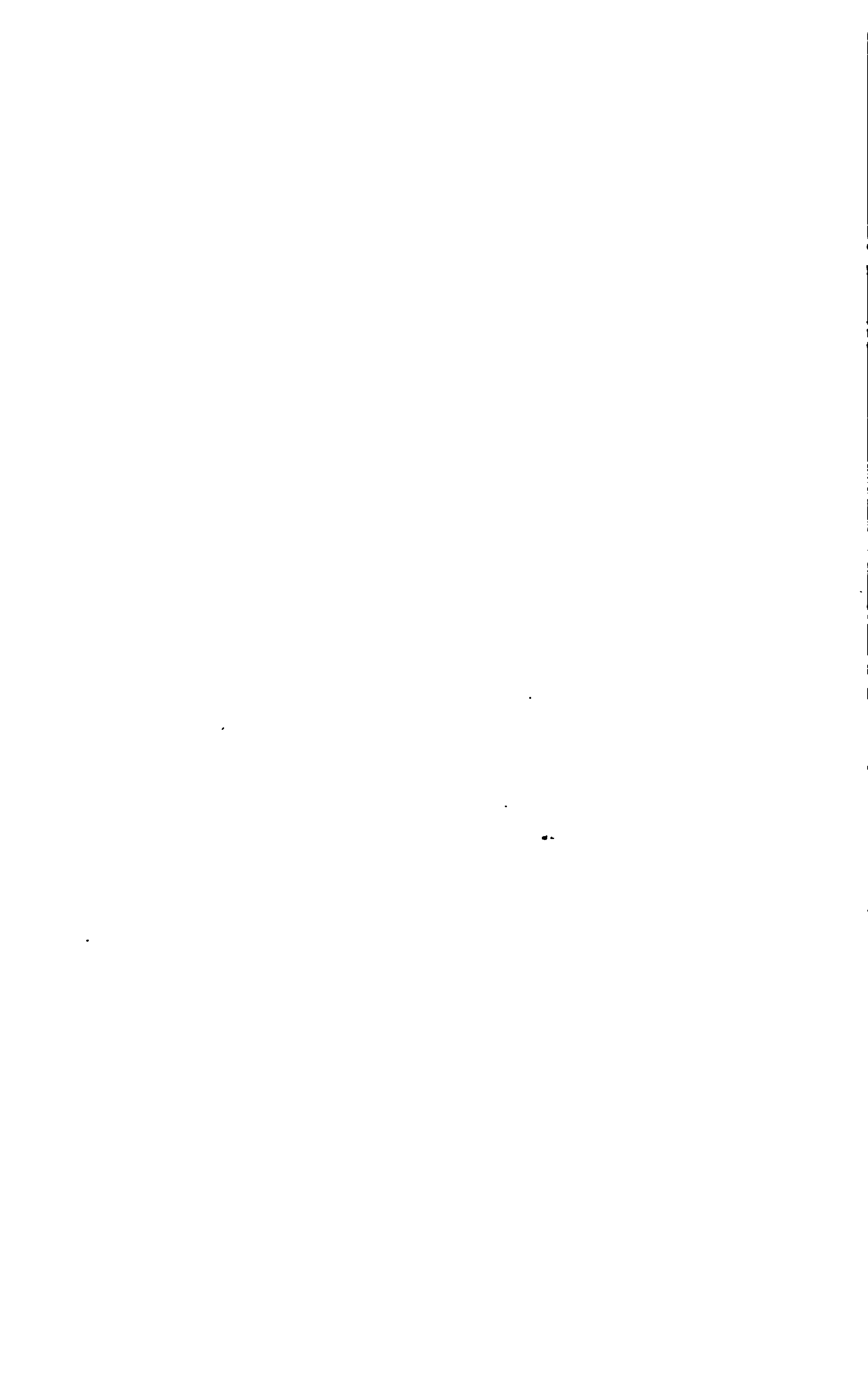
Auch in der neuen Auflage ist der Grundsatz festgehalten, bei den Vorschriften für die analytischen Arbeiten auf die zumeist einfachen Einrichtungen der Zuckerfabriklaboratorien Rücksicht zu nehmen und die Benutzung von Hilfsmitteln auszuschließen, auf deren Vorhandensein im allgemeinen nicht gerechnet werden darf. Wo solche sich finden, wird der verständige Arbeiter sie dem hier Gesagten leicht anzupassen vermögen.

Die Verbreitung des Buches, auch im Auslande, hat nach den mir gewordenen Mitteilungen zu meiner Freude stets zugenommen; ich hoffe, daß es infolge der neuen zeit- und sachgemäßen Änderungen auch für die Zukunft berechtigten Anforderungen voll genügen wird. Eine umfangreiche, dreiste, schriftstellerische Ausnutzung, die ihm zuteil geworden, darf ich wohl als ein, wenn auch unbeabsichtigtes Zugeständnis seiner Brauchbarkeit ansehen.

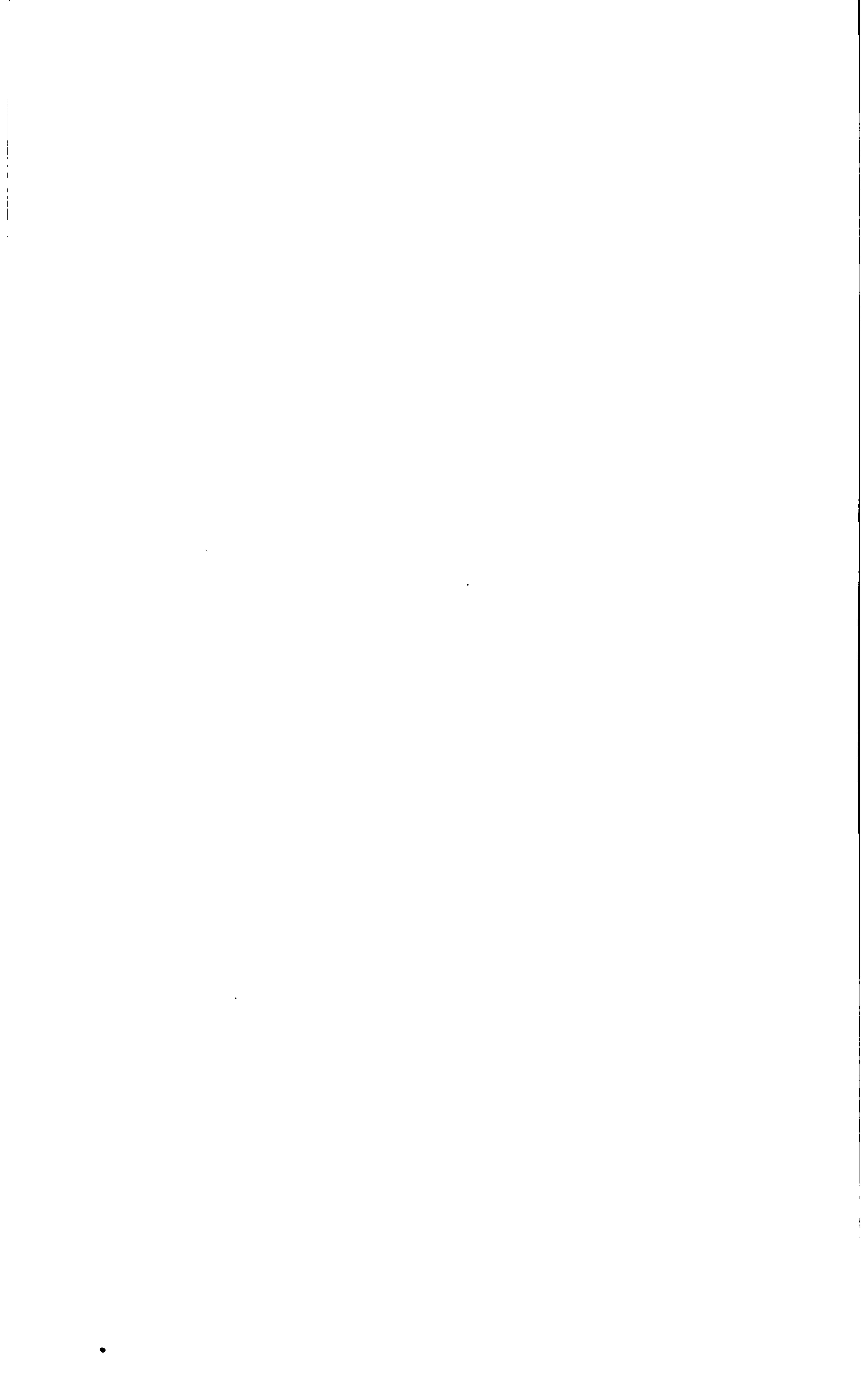
Und so mag das Buch denn hinausgehen, — die Wünsche und Hoffnungen, mit denen ich es begleite, sind dieselben, die ich in der Vorrede einer früheren Auflage zum Ausdruck gebracht habe und die ich nur wiederholen kann: „Möchten seine Freunde und Gönner, die es als einen gewissenhaften und zuverlässigen Ratgeber kennen gelernt, auch nach Einsicht dieser neuen Auflage vollen Anlaß finden, ihm ihre Zuneigung und ihr Vertrauen zu bewahren, möchte es zu den alten neue Freunde sich gewinnen und allezeit dazu beitragen, der Arbeit im chemischen Laboratorium diejenige Sicherheit und Zuverlässigkeit zu geben, welche die große Praxis mit Recht von ihr verlangt.“

Braunschweig, im Januar 1911.

Professor Dr. R. Frühling.



INHALTSVERZEICHNIS.



I.

Zucker und zuckerhaltige Stoffe.

Allgemeines.

Die mit dem gemeinsamen Namen „Zucker" bezeichneten organischen Substanzen gehören nach ihrer Zusammensetzung und ihren Eigenschaften zu den sogenannten Kohlenhydraten, einer sehr wichtigen Gruppe von Körpern, welche, in vielen Beziehungen einander ähnlich, meistens im Pflanzenreich vorkommen, hier häufig den größeren Teil der Trockensubstanz ausmachen und, wie die Zellulose, das eigentliche Baumaterial der Pflanze bilden. In geringerer Menge finden sich Kohlenhydrate auch im tierischen Körper.

Die Kohlenhydrate enthalten nur Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff, letztere beiden Elemente im Atomverhältnis 2:1, wie das Wasser, was die Benennung Kohlenhydrat auszudrücken versucht. Nur einige erst in neuerer Zeit dargestellte Abkömmlinge der eigentlichen Kohlenhydrate weisen ein etwas anderes Atomverhältnis auf.

Die in früherer Zeit bekannten Kohlenhydrate enthielten im Molekül immer sechs Kohlenstoffatome oder ein Vielfaches hiervon; die in den letzten Jahrzehnten außerordentlich ausgedehnten Untersuchungen dieser Körperklasse haben jedoch auch andere Substanzen kennen gelehrt, welche weniger oder mehr als sechs Kohlenstoffatome enthalten und trotzdem ihren sonstigen Eigenschaften nach zweifellos zu jenen gehören, andererseits sind wieder Körper bekannt, welche eine gleiche oder ähnliche Zusammensetzung besitzen, ohne daß sie zu jenen gerechnet werden dürfen, so daß für die Bestimmung des Begriffs Kohlenhydrat jetzt noch andere Rücksichten als nur die atomistische Zusammensetzung, nämlich allgemeine charakteristische Eigenschaften nötig sind.

Man teilt die Kohlenhydrate in die Monosaccharide, die Di-, Tri-, Tetra- und Polysaccharide ein. Die ersteren sind einfache Kohlenhydrate, welche nicht weiter zerlegt werden können, ohne daß die Spaltungsprodukte den Charakter eines Kohlenhydrats einbüßen; die anderen sind zusammengesetzte, und zwar, wie der Name andeutet, aus

zwei, drei, vier oder vielen Molekülen einfacher Kohlenhydrate, in welche sie auch durch geeignete chemische Reaktionen gespalten werden können. Je nach der Anzahl der im Molekül enthaltenen Kohlenstoffatome unterscheidet man unter den Monosacchariden die Bi- oder Diosen, Triosen, Tetrosen, Pentosen, Hexosen, Heptosen usw., je nach der Natur die Aldosen und Ketosen, d. h. der Klasse der Aldehyde oder Ketone zugehörig. So haben wir beispielsweise Aldo- und Ketopentosen, Aldo- und Ketohexosen usw.

Nur die Monosaccharide mit 6 Kohlenstoffatomen und demgemäß auch die aus diesen aufgebauten Glieder der übrigen Klassen mit 12, 18 und 24 Kohlenstoffatomen werden gewöhnlich als eigentliche Zucker bezeichnet.

Übersicht über die wichtigsten Kohlenhydrate.

Monosaccharide	Disaccharide, $C_{12}H_{22}O_{11}$	Trisaccharide, $C_{18}H_{32}O_{16}$	Polysaccharide, $(C_6H_{10}O_5)n$
Pentosen, $C_5H_{10}O_5$	Saccharose	Raffinose	Stärke
Arabinose	Maltose		Dextrin
Hexosen, $C_6H_{12}O_6$	Laktose		Inulin
Aldohexosen:	Melibiose		Zellulose
Glykose			
Mannose			
Galaktose			
Ketohexosen:			
Fruktose			
Glutose			

Im nachfolgenden sind nur die Zuckerarten der ersten drei Klassen, ausgenommen die Arabinose, berücksichtigt[1]). Eine Besprechung der Polysaccharide würde den Rahmen dieser Anleitung überschreiten.

Glykose.

(Glukose, Dextrose, Traubenzucker, Stärkezucker.)

Die Glykose gehört zu der Klasse der Aldohexosen von der Formel $C_6H_{12}O_6 = CH_2OH.(CHOH)_4CHO$. Einigen chemischen Eigenschaften entspricht aber besser die Tollenssche Oxydformel $CH_2.(CHOH)_4CHOH$ mit Brücke über O

oder eine ähnliche. Sie ist im Pflanzenreich außerordentlich weit verbreitet, findet sich aber wohl niemals allein, sondern zugleich mit

[1]) Ausführliches s. Tollens, Kurzes Handbuch der Kohlenhydrate, II. Aufl., Breslau 1898, und v. Lippmann, Die Chemie der Zuckerarten, 3. Aufl., Braunschweig 1904.

Fruktose oder Rohrzucker; so in den süßen Früchten, den Weintrauben, in der Zuckerhirse, im Birkensaft, oder mit anderen Stoffen vereinigt in den sogenannten Glykosiden, esterartigen Verbindungen der Glykose, so im Solanin in den Kartoffelkeimen, Salicin in Weiden und Pappeln, Saponin in der Quillajarinde, Amygdalin in den bittern Mandeln, Coniferin in den Coniferen und vielen anderen, welche durch Einwirkung von Säuren und Fermenten in ihre näheren Bestandteile gespalten werden können. Im Tierreich findet sich Glykose im Blute und Muskelsaft, aber nur in sehr geringer, im Harn bei der sogenannten Zuckerkrankheit (Diabetes) auch in größerer Menge.

Durch Einwirkung von Säuren und Fermenten entsteht Glykose auch aus vielen anderen zusammengesetzten Zuckerarten, aus Zellulose, Stärke und anderen Stoffen. Die Stärke verwandelt sich unter dem Einfluß verdünnter Mineralsäuren bei höherer Temperatur in Glykose (Stärkezucker), daneben entstehen aber auch andere Substanzen, die Dextrine, welche als Übergangs- bzw. Reversionsprodukte der Umwandlung der Stärke in Glykose angesehen werden müssen. Man benutzt diese Reaktion in der Technik zur Darstellung des Stärkezuckers, indem man Stärke mit verdünnter Salzsäure oder Schwefelsäure, meistens in geschlossenen Gefäßen unter Druck, erhitzt, bis Jodlösung in dem Produkt keine Färbung und Alkohol keine Fällung (Dextrin) mehr gibt. Die freie Säure wird sodann neutralisiert, die Schwefelsäure durch Kreide, die Salzsäure durch Soda; das unlösliche schwefelsaure Calcium wird durch Filtration entfernt und dadurch die Schwefelsäure aus dem Reaktionsprodukt beseitigt, während das Chlornatrium ihm verbleibt. Die Zuckerlösung wird sodann durch Knochenkohle entfärbt, im Vakuum eingedampft und in warmen Räumen zur Kristallisation gebracht. Die erhaltene Kristallmasse wird zentrifugiert und durch Umkristallisieren gereinigt.

Um nicht festen Stärkezucker, sondern Stärkezuckersirup (Bonbonsirup, Kapillärsirup) zu erhalten, unterbricht man die Einwirkung der Säure, wenn Jodlösung nicht mehr Bläuung (Jodstärke), sondern nur noch rote Färbung (Erythrodextrin) hervorruft, und verdampft den neutralisierten und durch Knochenkohle gereinigten Saft auf etwa 82 bis 84° Brix. Außer Säuren verwandeln auch besondere Enzyme (ungeformte Fermente), welche in verschiedenen Pflanzen vorgefunden werden, die Stärke in Glykose; diese Reaktion wird ebenfalls in der Technik zur Darstellung von sehr reiner Glykose benutzt.

Solche erhält man auch durch Erhitzen von Rohrzucker in mit etwas Salzsäure versetztem, starkem Alkohol; nach mehreren Tagen scheiden sich aus der Lösung Glykosekristalle ab, deren Menge allmählich zunimmt, und die aus der Lösung durch Filtration, Absaugen und Waschen mit Alkohol leicht gewonnen werden können.

Die Glykose kommt wie alle Zuckerarten in drei optisch verschiedenen Modifikationen vor; zwei von diesen drehen die Ebene

1*

des polarisierten Lichtes gleich stark, aber entgegengesetzt; man bezeichnet sie mit d und l, die dritte Modifikation ist optisch inaktiv und wird mit i bezeichnet. Diese letztere kann durch Mischung gleicher Anteile der ersten beiden entstehen oder ist durch Eigentümlichkeit des molekularen Baues zu erklären. Man hat demgemäß eine d-Glykose, l-Glykose und i-Glykose. Die Bezeichnung d und l hat aber nicht immer die Bedeutung der rechts- bzw. linksdrehenden Form. So dreht z. B. die d-Glykose zwar rechts und die l-Glykose links, aber die d-Fruktose links und die l-Fruktose rechts.

Nur die d-Glykose hat hier Bedeutung und auf sie allein bezieht sich das hier Angeführte. Die l-Glykose ist bislang nur künstlich dargestellt worden.

Aus einer heiß gesättigten Lösung in absolutem Äthylalkohol kristallisiert die Glykose wasserfrei in harten, sehr feinen und nicht hygroskopischen Nadeln vom Schmelzpunkt 146° bis 147° C; aus Methylalkohol dagegen nach längerer Zeit in dicken, harten, zu Krusten vereinigten, tafelförmigen, aus wässerigem, hochkonzentriertem Sirup in der Wärme in säulenförmigen, zu harten Massen verwachsenen Kristallen.

Das Hydrat $C_6H_{12}O_6 + H_2O$ kristallisiert aus kalter wässeriger Lösung in blumenkohlähnlichen Warzen, aus warmer Lösung in großen, durchsichtigen, säulenförmigen Kristallen, aus verdünntem Alkohol in glänzenden sechsseitigen Tafeln. Einen konstanten Schmelzpunkt besitzt das Hydrat nicht; es verliert beim Erwärmen auf etwa 80° langsam sein Wasser und geht in Anhydrid über, welches sich in dem abgeschiedenen Wasser löst.

Das spezifische Gewicht des Anhydrids ist 1,386, das des Hydrats 1,571.

Der Traubenzucker ist wenig süß, sehr leicht löslich in Wasser, in Alkohol um so mehr, je schwächer und heißer dieser ist. 100 Tle. Wasser von 15° C lösen 81,68 Tle. Glykoseanhydrid. Der gewöhnliche Traubenzucker ist rechtsdrehend, sein Drehungsvermögen ist abhängig von der Konzentration der Lösung, bei Steigerung der letzteren etwas zunehmend. Ist p die Gewichtsmenge Glykose in 100 Gewichtsteilen der Lösung (Gewichtsprozente), so ist nach Tollens das spezifische Drehungsvermögen bei 17° C

des Glykoseanhydrids $[\alpha]_D = 52{,}50 + 0{,}018796\,p + 0{,}000\,516\,8\,p^2$,
des Glykosehydrats $[\alpha]_D = 47{,}73 + 0{,}015\,534\,p + 0{,}000\,388\,3\,p^2$,

also beim Hydrat für

$$p = 5 \quad [\alpha]_D = 52{,}61$$
$$p = 10 \quad [\alpha]_D = 52{,}74$$
$$p = 20 \quad [\alpha]_D = 53{,}08$$
$$p = 30 \quad [\alpha]_D = 53{,}53.$$

Unter dem spezifischen Drehungsvermögen $[\alpha]_D^{20}$ [1]) einer optisch aktiven Substanz versteht man den in Kreisgraden ausgedrückten Betrag α derjenigen Ablenkung des polarisierten Lichtes, welcher sich ergibt, wenn 1 g der betreffenden Substanz zu 1 ccm gelöst, in einem 0,1 m langen Rohr bei Anwendung von Natriumlicht (Linie D des Spektrums) bei 20° C im Polarimeter beobachtet würde.

Löst man in einem bei 20° C 100 wahre Cubikcentimeter fassenden Maßkolben c Gramme der aktiven Substanz in Wasser zur Marke auf und beobachtet man in einem Rohr von l Decimetern Länge bei Natriumlicht einen nach rechts oder links gerichteten Drehungswinkel α in Graden des 360 teiligen Kreises, so ist das spezifische Drehungsvermögen ausgedrückt durch die Formel

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100\,\alpha}{l\,.\,c}\ ^{2)}.$$

Löst man dagegen eine gewogene Menge einer aktiven Substanz, bestimmt man die Dichte d der Lösung und berechnet hieraus die Gewichtsprozente p jener, so ist, da $c = p\,d$,

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100\,\alpha}{l\,.\,p\,.\,d}\ ^{3)}.$$

Da das Drehungsvermögen der Glykose nach S. 4 von der Konzentration abhängig ist, so läßt sich das Normalgewicht für sie nicht genau feststellen. Unter Normalgewicht versteht man für alle Zuckerarten dasjenige Gewicht, welches, zu 100 wahren Cubikcentimetern bei 20° C gelöst, in einem 2 dm-Rohr im Zuckerpolarimeter 100° Drehung ergibt. Da die Skalen der verschiedenen Polarimeterarten verschieden konstruiert sind, so gelten für sie auch verschiedene Normalgewichte [4]).

[1]) Landolt, Das optische Drehungsvermögen, 2. Aufl., Braunschweig 1898.

[2]) Ist die Beobachtung des Ablenkungswinkels α in einem Apparat mit Ventzkescher Zuckerskala gemacht, so ist der Betrag zur Umrechnung auf Kreisgrade mit 0,347 zu multiplizieren. Hat beispielsweise eine Lösung von 10 g einer aktiven Substanz in 100 ccm in einer Röhre von 200 mm Länge im Polarimeter mit Ventzkescher Skala eine Drehung von + 30,4° ergeben, so berechnet sich das spezifische Drehungsvermögen zu

$$\frac{100\,.\,30{,}4}{2\,.\,10}\cdot 0{,}347 = 52{,}74.$$

[3]) Sind beispielsweise 10 g einer aktiven Substanz zu 100 ccm gelöst, beträgt die Dichte dieser Lösung 1,0380 und die Drehung in einem 200 mm-Rohr im Saccharimeter mit Ventzkescher Skala 30,4°, so ist, da

$$p = \frac{10}{1{,}0380} = 9{,}634,$$

die spezifische Drehung

$$\frac{100\,.\,30{,}4}{2\,.\,9{,}634\,.\,1{,}038}\cdot 0{,}347 = 52{,}74.$$

[4]) Näheres im analytischen Teil.

Für die Apparate mit Ventzkescher Skala ist nach dem Konstruktionsprinzip das Normalgewicht für Rohrzucker 26,0 g, bei Anwendung eines 2 dm-Rohres, wahrer Cubikcentimeter und einer Temperatur von 20° C. Durch Multiplizierung mit dem Verhältnis der spezifischen Drehungen des Rohrzuckers (s. Saccharose) und eines anderen erhält man das Normalgewicht für den letzteren. So ergibt sich das Normalgewicht des Glykoseanhydrids, unter Berücksichtigung der angegebenen Formel von Tollens (S. 4),

bei 5 proz. Lösungen zu $26 \cdot \frac{66,53}{52,61} = 32,88$ g,

„ 10 proz. „ „ $26 \cdot \frac{66,53}{52,74} = 32,79$ g,

„ 20 proz. „ „ $26 \cdot \frac{66,49}{53,08} = 32,57$ g,

„ 30 proz. „ „ $26 \cdot \frac{66,39}{53,53} = 32,24$ g.

Aus diesem Grunde ist also schon bei der Abwägung der zu untersuchenden Substanz auf die größere oder geringere vorhandene Glykosemenge Rücksicht zu nehmen. Im allgemeinen kann man für technische Untersuchungen bei Lösungen bis etwa 15 Proz. Glykose 32,8 g, für solche bis 30 Proz. 32,6 als Normalgewicht gelten lassen.

Bei der Polarisation glykosehaltiger Lösungen entspricht dann, bei Anwendung eines 2 dm-Rohres, 1° Ventzke einem Gehalt

von 0,3288 g Glykose bei Lösungen bis 5 Proz.,
„ 0,3279 „ „ „ „ „ 10 „ usw.

In Mischungen von Glykoseanhydrid mit Rohrzucker, bei denen das Normalgewicht für den letzteren = 26 g zur Anwendung kommt, dreht 1 Tl. Glykose in Lösungen bis 5 Proz. daran 0,791°, von 5 bis 10 Proz. 0,793°, bei 20 Proz. 0,798°, so daß man für alle Fälle mit 0,8° rechnen kann.

Frisch und auf kaltem Wege hergestellte Glykoselösungen zeigen die Erscheinung der Multirotation, sie geben bei der Polarisation unmittelbar nach der Lösung einen etwa um das Doppelte größeren Betrag (Birotation) als den normalen. Diese Multirotation geht beim Kochen sehr schnell, beim Stehen bei gewöhnlicher Temperatur nur allmählich auf die normale Höhe zurück. Ein Zusatz von Säuren beschleunigt diesen Rückgang, Zusatz von Alkohol verzögert ihn. Ein Zusatz von nur 0,1 Proz. Ammoniak hebt die Birotation sofort auf, ein größerer vermindert die Drehung erheblich durch chemische Einwirkung.

Die Multirotation der Zuckerarten ist ihrem Wesen nach noch nicht genau bekannt. Während nach einigen Forschern in solchen Lösungen höhere aktive Molekülaggregate allmählich in die normalen

niederen zerfallen sollen, nehmen andere einen Übergang eines Anhydrids in ein Hydrat oder das Vorhandensein verschiedener isomerer Modifikationen an.

Das Drehungsvermögen der Glykose wird durch Alkalien und alkalisch reagierende Stoffe, wie basisches Bleiacetat (Bleiessig), stark vermindert, wahrscheinlich durch chemische Umsetzungen; einige neutrale Salze und Säuren erniedrigen, andere erhöhen es um etwas, Chlorcalcium sogar recht bedeutend. Neutrales Bleiacetat, Natriumsulfat und Natriumphosphat zeigen kaum merklichen Einfluß.

Wird Traubenzucker über seinen Schmelzpunkt erhitzt, so erleidet er Zersetzung; zunächst entweicht bei 170° C viel Wasser und es entsteht Glykosan, $C_6H_{10}O_5$, eine nicht süße, zerfließliche, rechtsdrehende, aber nicht gärungsfähige Substanz, welche beim Kochen mit Wasser und verdünnten Säuren wieder in Glykose übergeht. Bei höherer Temperatur entweicht wiederum Wasser und unter Aufschäumen und Bräunung tritt Zersetzung ein, deren Produkte Ameisensäure, Essigsäure, Aldehyd, Aceton, Furfuran, Furfurol, Kohlensäure, Kohlenoxyd und andere Stoffe sind, die flüchtig entweichen, während eine braune Masse, Karamel, zurückbleibt. Bei weiterem Erhitzen verkohlt auch diese und verbrennt, bei Luftzutritt, völlig.

Durch naszierenden Wasserstoff aus Natriumamalgam und verdünnter Säure wird d-Glykose in den Alkohol d-Sorbit verwandelt. Oxydationsmittel greifen Glykose energisch an, es entstehen je nach den Umständen d-Glykonsäure, d-Zuckersäure, Oxalsäure, d-Weinsäure u. a. Sind die Oxydationsmittel Salze der Schwermetalle, so erfolgt eine mehr oder minder energische Reduktion derselben zu Metall oder niederen Oxydationsstufen dieser. So wird aus Gold-, Silber-, Platin- und Quecksilbersalzen das entsprechende Metall, aus Kupfersulfat in neutraler Lösung metallisches Kupfer, aus Kupferacetat in neutraler und aus Kupfersulfat in alkalischer Lösung Kupferoxydul, aus alkalischer Wismutnitratlösung Wismut gefällt. Die Glykose wird hierbei zu Glykonsäure, Ameisensäure, Kohlensäure, Oxalsäure, Milchsäure u. a. oxydiert.

Wie auf anorganische wirkt Glykose auch auf verschiedene organische Stoffe in alkalischer Lösung reduzierend ein, aus Indigblau entsteht unter Entfärbung Indigweiß, aus der gelben Pikrinsäure blutrote Pikraminsäure, aus Orthonitrophenylpropiolsäure Indigblau, aus rotem Ferricyankalium gelbes Ferrocyankalium.

Wird wasserfreie Glykose mit festem Ätzkali erhitzt, so erhält man ein Destillat, in welchem Acetylcarbinol (Brenztraubenalkohol, Acetol) eine farblose, süßlich riechende Flüssigkeit, enthalten ist. Wässerige Traubenzuckerlösung bildet beim Stehen mit Kali- oder Natronlauge, bei gewöhnlicher Temperatur, unter Sauerstoffaufnahme Milchsäure; daher entsteht letztere bei der Fabrikation des Kolonialzuckers, da der Zucker aus Rohr Glykose enthält, wenn durch Kalk-

zusatz die Alkalien in Freiheit gesetzt werden. Beim Stehen mit Kalkhydrat wird Glycinsäure und Saccharin, $C_6H_{10}O_5$, das Lakton der Saccharinsäure gebildet, welches nicht süß und nicht gärungsfähig ist, auch Metallsalze nicht reduziert; beim Stehen mit Barytwasser wird viel Michsäure gebildet.

Durch geringe Mengen Alkalien und alkalisch reagierende Stoffe wird d-Glykose zu einem kleinen Teil in d-Fruktose und d-Mannose verwandelt; bei Einwirkung von Bleioxydhydrat oder Bleiessig entsteht nur wenig oder gar keine Fruktose, dagegen viel Glutose.

In eiskalter konzentrierter Schwefelsäure löst sich Glykose ohne Schwärzung auf; es entstehen hierbei unter Wasserabspaltung dextrinartige Kondensationsprodukte und leicht lösliche Sulfosäuren. Bei höherer Temperatur tritt Bräunung, Schwärzung und Zersetzung ein. Salzsäure zersetzt bei höherer Temperatur und liefert dabei Furfurol (Brenzschleimsäurealdehyd), Lävulinsäure, Ameisensäure, Humusstoffe. Mit Kali, Natron, Kalk, Baryt und anderen Metalloxyden liefert Glykose in alkoholischer Lösung meist amorphe, in Wasser lösliche Verbindungen, Glykosate, z. B. mit Kalk $C_6H_{12}O_6$, CaO; Bleiessig gibt in alkalischer und größere Mengen Salze enthaltender Lösung ein unlösliches Glykosat, was bei der Klärung glykosehaltiger Substanzen behufs Polarisation zu berücksichtigen ist. Mit einigen Salzen liefert Glykose Doppelverbindungen, so mit Chlorkalium, $C_6H_{12}O_6$, KCl, mit Chlornatrium, $C_6H_{12}O_6$, NaCl, usw.

Traubenzuckerlösungen unterliegen unter geeigneten Bedingungen der alkoholischen Gärung, das ist dem Zerfall, wesentlich in Alkohol und Kohlensäure nach der Gleichung

$$C_6H_{12}O_6 = 2\,CO_2 + 2\,C_2H_6O$$

unter dem Einfluß einer Anzahl verschiedener Pilze, von denen die eigentlichen Hefepilze oder Saccharomyceten die wichtigsten sind. Der Träger ihrer Wirkung ist ein bestimmter Gärungserreger, ein Enzym, die sogenannte Zymase, welche auch für sich ohne Anwesenheit der lebenden Hefezellen Gärung erregen kann. Als Nebenprodukte entstehen geringe Mengen von Glycerin, Bernsteinsäure und höhere Alkohole, sogenannte Fuselöle.

Durch ein in saurer Milch, altem Käse usw. enthaltendes Ferment und einige besondere Bakterienarten wird in Lösungen von Traubenzucker Milchsäuregärung hervorgerufen, wobei jener glatt in Gärungsmilchsäure gespalten wird:

$$C_6H_{12}O_6 = 2\,C_3H_6O_3.$$

Bei der unter dem Einfluß besonderer Spaltpilze bzw. Fermente erfolgenden Buttersäuregärung zerfällt Glykose bei 30 bis 40° C wesentlich in Buttersäure, Kohlendioxyd und Wasserstoff:

$$C_6H_{12}O_6 = C_4H_8O_2 + 2\,CO_2 + H_4.$$

Unter der sogenannten schleimigen Gärung versteht man eine noch nicht genau charakterisierte Gärung, bei welcher Glykoselösungen einen gallertartigen Schleim absondern; man hat diesen auch als Froschlaichsubstanz bezeichnet, welche bisweilen, besonders bei der Verarbeitung unreifer Rüben, in großer Menge auftreten kann. Dieser Schleim soll Dextran, $C_6H_{10}O_5$, enthalten, weshalb diese Gärung auch als Dextrangärung bezeichnet wird.

Durch besondere, im Pflanzen- und Tierreich verbreitete oxydierende Fermente (Oxydasen) wird Glykose in Essigsäure und andere Säuren umgesetzt.

Eine große Anzahl organischer und anorganischer Stoffe wirkt gärungshemmend oder -hindernd, so die freien Fettsäuren: Ameisensäure, Buttersäure, Valeriansäure u. a., ferner Formaldehyd (Formalin), Chloroform, Petroleum, Campher, Schwefelkohlenstoff, schweflige und salpetrige Säure, eine Anzahl Metallverbindungen, vor allem die Salze des Quecksilbers (Quecksilberchlorid oder Sublimat), die Alkalien und Erdalkalien und deren Salze.

Zum qualitativen Nachweis der Glykose kann man sich einer Reihe von Reaktionen bedienen, welche aber allgemein für die meisten Zuckerarten gültig und daher nur in den Fällen brauchbar sind, wo es sich überhaupt nur um die Ab- oder Anwesenheit solcher oder von vornherein um einen ganz bestimmten Zucker handelt.

Außerordentlich empfindlich ist die Reaktion mit α-Naphtol, welches in frisch bereiteter alkoholischer Lösung mit wenig Glykoselösung und 1 bis 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure eine intensiv violette Färbung gibt. Sehr scharf ist die Reaktion mit Benzoylchlorid, welches, selbst mit sehr geringen Mengen Glykose enthaltender Lösung und Natronlauge geschüttelt, einen flockigen Niederschlag von Glykosetetrabenzoat liefert.

Durch Einwirkung von Phenylhydrazin (1 Vol. desselben, 1 Vol. Essigsäure von 50 Proz., 3 Vol. Wasser oder einer Mischung von salzsaurem Phenylhydrazin und Natriumacetat) auf Glykose in der Kälte entsteht kristallinisches Glykosephenylhydrazon, welches durch Waschen mit Äther, Lösen in wenig heißem Alkohol und Wiederausfällen mit Äther in farblosen, feinen Nadeln oder Tafeln vom Schmelzpunkt 144° bis 146° rein gewonnen werden kann.

Außer dieser Form existiert noch eine zweite, welche nur unter besonderen Umständen in langen, weichen Nadeln vom Schmelzpunkt 115° bis 116° erhalten wird. Mit substituierten Phenylhydrazinen entstehen in gleicher Weise Verbindungen, so das Diphenylhydrazon (Schmelzpunkt 161°), Glykose-Methylphenylhydrazon (Schmelzpunkt 130°). Wird Glykoselösung mit überschüssigem Phenylhydrazin erwärmt, so scheiden sich nach kurzer Zeit feine, spießige, gelbe Nadeln des Glykose-Phenylosazons aus, welche in Büscheln oder kugeligen Aggregaten auftreten, in verdünntem, heißem Alkohol löslich sind und bei 204 bis 205°

schmelzen. Dasselbe Osazon liefern aber auch d-Mannose und d-Fruktose. Man benutzt diese Reaktion zur Auffindung kleiner Zuckermengen im Harn.

Zur qualitativen und gleichzeitig quantitativen Bestimmung verwendet man verschiedene Metallsalzlösungen, vorwiegend die alkalische Kupferlösung nach Fehling und eine alkalische Quecksilberlösung nach Sachsse. Die erstere ist ein Gemisch aus Kupfersulfat- und alkalischer Seignettesalzlösung (weinsaures Natronkali), die letztere eine Lösung von Quecksilberjodid in Jodkalium und Ätzkali. Das Nähere über die gewichtsanalytische Bestimmung der Glykose findet sich im Anhang.

Die direkte polarimetrische Bestimmung der Glykose ist nur in den wenigen Fällen ausführbar, wo andere optisch aktive Substanzen nicht vorhanden sind, und beansprucht einige Vorsichtsmaßregeln. Es sei daran erinnert, daß, wie bereits erwähnt, Bleiessig in alkalischer oder größere Mengen von Salzen enthaltender Lösung Glykose als unlösliches Glykosat auszufällen vermag. An seiner Stelle ist neutrales Bleiacetat in nötigenfalls vorher mit Essigsäure neutralisierter Lösung anzuwenden. Für Lösungen, welche wie der Harn Albuminate und Peptone enthalten, welche durch neutrales Bleiacetat nicht völlig gefällt werden, ist Quecksilbernitrat vorgeschlagen, dessen Überschuß durch Zinkstaub abgeschieden wird.

Mannose.

Ihr Vorkommen als solche in der Natur ist ein sehr beschränktes, dagegen sind anhydridartige Kondensationsprodukte, die Mannane, weit verbreitet, welche beim Kochen mit verdünnten Säuren Mannose liefern. In den Kolonialmelassen findet sie sich häufig, sie ist aber kein Naturprodukt, da das Zuckerrohr keine Mannose enthält, sondern durch Einwirkung von Alkalien auf die im Saft enthaltene Glykose und Fruktose infolge molekularer Umlagerung entstanden (S. 8).

Man erhält sie durch Oxydation des Mannits mit Salpetersäure, besser durch Kochen von Steinnuß- oder Johannisbrotsamen u. a. mit Salzsäure.

Die Mannose kristallisiert in kleinen Kristallen, schmeckt angenehm süß, ist leicht löslich in Wasser und verdünntem Alkohol. Ihre wässerige Lösung besitzt anfangs eine starke Multirotation, und zwar zunächst eine starke Linksdrehung, welche allmählich in die Rechtsdrehung $[\alpha]_D^{20} = + 14{,}36$ übergeht.

Durch Natriumamalgam wird sie zu Mannit reduziert, durch Hefe völlig vergärt. Mit Phenylhydrazinacetat liefert sie schon in der Kälte nach kurzer Zeit das in Wasser schwer lösliche, bei 186° bis 188° schmelzende Mannose-Phenylhydrazon, wodurch sie neben anderen Zuckerarten erkannt werden kann. Mit überschüssigem Phenylhydrazin in der Wärme liefert sie dasselbe Osazon wie die Glykose. Mannose reduziert Metallsalzlösungen.

Galaktose.

Ihr Vorkommen als solche in der Natur ist noch nicht mit Sicherheit festgestellt, dagegen findet sie sich als Glykosid im Digitonin u. a. Sie entsteht bei der Hydrolyse des Milchzuckers neben Glykose, und der Raffinose neben Invertzucker.

Als anhydridartige Körper, welche beim Erhitzen mit Säuren Galaktose allein oder neben anderen Zuckerarten liefern, sind die in der Natur verbreiteten Galaktane anzusehen.

Zur Darstellung dient der Milchzucker. Die Galaktose kristallisiert aus Wasser als Hydrat, $C_6H_{12}O_6 . H_2O$, aus starkem Alkohol wasserfrei; ersteres schmilzt bei 118 bis 120°, das Anhydrid bei 168°. Die Galaktose ist wenig süß, leicht löslich in Wasser, reduziert Metallsalze, ist rechtsdrehend und zeigt Multirotation; ihr spezifisches Drehungsvermögen ist abhängig von der Konzentration und Temperatur und beträgt innerhalb der Grenzen $p = 5$ bis 35 und $t = 4$ bis 40:

$$[\alpha]_D = +83{,}883 + 0{,}0785\,p - 0{,}209\,t,$$

so daß sich für $t = 20^0$

$$\text{und } p = 10: \qquad p = 20:$$
$$[\alpha]_D^{20^0} = +80{,}49 \qquad = +81{,}27$$

berechnet.

Naszierender Wasserstoff reduziert sie zu Dulcit, Oxydationsmittel wie die Halogene oxydieren zu Galaktonsäure, Salpetersäure wesentlich zu Schleimsäure. Galaktose ist gärfähig und liefert mit Phenylhydrazin in der Kälte ein Hydrazon vom Schmelzpunkt 158°, mit Phenylhydrazin im Überschuß in der Wärme ein Osazon vom Schmelzpunkt 193°.

Fruktose.

(Fruchtzucker, Lävulose.)

Die Fruktose, $CH_2OH(CHOH)_3 . CO . CH_2OH$, ist das wichtigste Glied der Klasse der Ketosen und ist wie jede andere Zuckerart in drei optisch verschiedenen Formen bekannt, als d-, l- und i-Fruktose, von denen aber nur die erstere in der Natur vorkommt und größere Wichtigkeit besitzt.

Die d-Fruktose ist im Pflanzenreich sehr verbreitet, kommt aber nur selten für sich allein vor, sondern meistens gemengt mit Glykose- oder Rohrzucker. Sie findet sich in fast allen süßen Früchten und Pflanzensäften, im Honig; im jungen Zuckerrohr soll das Verhältnis von Fruktose : Glykose : Saccharose wie 1 : 1 : 1 sein, in älterem Rohr wie 1 : 2 : 3, in fast reifem Rohr wie 1 : 3 : 82,5. Sie entsteht durch Hydrolyse mancher Pflanzenstoffe, so des Inulins, des Reservestoffs in den Wurzeln bzw. Knollen der Dahlien (Georginen), Helianthusarten, der Zichorie und anderen mehr.

Zur Darstellung werden zerschnittene Dahlienknollen oder Zichorienwurzeln unter Zusatz von Kalkmilch gedämpft und in hydraulischen Pressen abgepreßt, worauf der geklärte Saft in Kühlmaschinen zum Erstarren gebracht wird. Die schneeartige Masse wird aufgetaut und daraus das Inulin in Zentrifugen abgeschleudert; nach dem Waschen wird es in heißem Wasser gelöst und mit verdünnten Säuren invertiert. Die erhaltene Lösung der Fruktose wird in Vakuumpfannen eingedickt. Oder man invertiert Rohrzuckerlösung mit verdünnter Säure, versetzt die etwa 10 prozentige Lösung unter starker Abkühlung mit Kalk, filtriert nach kurzer Zeit und läßt in der Kälte das Fruktosat auskristallisieren, schleudert es ab und zerlegt es mit Oxalsäure oder Kohlensäure.

Aus Mannit entsteht d-Fruktose durch Oxydationsgärung, wie sie von einigen Bakterienarten hervorgerufen wird. Sehr bemerkenswert ist die Entstehung von d-Fruktose aus einem Derivat der d-Glykose und der dadurch vermittelte Übergang der beiden Klassen der Hexosen. Das Glykosephenylhydrazon (S. 9) wird durch starke Salzsäure in Phenylhydrazin und Glykoson gespalten, das durch Reduktion mittels Zinkstaubs und Essigsäure gemäß der Gleichung

$$C_6H_{10}O_6 + H_2 = C_6H_{12}O_6$$

in Fruktose übergeht. Aus dem Glykosephenylosazon entsteht ferner durch Reduktion das Isoglykosamin (Fruktosamin), aus welchem durch Behandlung mit salpetriger Säure d-Fruktose hervorgeht.

Erhitzt man Rohrzucker rasch auf 160°, so zerfällt er nach der Gleichung

$$C_{12}H_{22}O_{11} = \underset{\text{Glykose}}{C_6H_{12}O_6} + \underset{\text{Lävulosan}}{C_6H_{10}O_5}$$

in d-Glykose und Lävulosan, einen anhydridartigen Abkömmling der Fruktose; aus diesem Gemisch läßt sich durch Vergärung die Glykose entfernen, das zurückbleibende unvergärbare Lävulosan ist eine amorphe, farb- und geschmacklose, rechtsdrehende Substanz, welche beim Kochen mit verdünnten Säuren unter Wasseraufnahme reine Fruktose liefert.

Fruktose kristallisiert aus konzentrierten wässerigen oder aus alkoholischen Lösungen in kugeligen Massen oder seideglänzenden Nadeln wasserfrei als Anhydrid vom Schmelzpunkt 95° bis 105°, oder in dichten Warzen und Krusten durchsichtiger Prismen vom spez. Gewicht 1,6691, oder in wasserhellen, großen, harten, nicht hygroskopischen Kristallen. Das Hydrat $(C_6H_{12}O_6)_2 + H_2O$ kristallisiert gleichfalls gut.

Fruchtzucker ist sehr angenehm süß, noch süßer als Rohrzucker, leicht löslich in Wasser und verdünntem Alkohol, fast unlöslich in kaltem, absolutem Äthylalkohol, reichlich löslich in heißem Äthyl- und Methylalkohol, auch, abweichend von fast allen übrigen Zuckerarten, in erheblicher Menge in einem Gemisch aus Äther und Alkohol.

Auch siedendes Aceton, welches Glykose nur wenig löst, nimmt Fruktose sehr reichlich auf; sind beide Zuckerarten zugleich vorhanden, so löst sich auf 2 Tle. Fruktose ungefähr 1 Tl. Glykose. Fruchtzucker löst sich ferner leicht in mit Ammoniak gesättigtem Methylalkohol und, abweichend von fast allen übrigen Zuckerarten, ziemlich leicht in mit Ammoniak gesättigtem Äthylalkohol.

Die d-Fruktose ist linksdrehend, das Drehungsvermögen ist aber sehr von Konzentration und Temperatur abhängig und wird von verschiedenen Beobachtern sehr verschieden angegeben. Für einen Temperaturunterschied von je 1° C berechnen Hönig und Jesser einen Drehungsunterschied von 0,681°; unter Berücksichtigung der Konzentration geben die Genannten die Formel

$$[\alpha]_D^{20} = -113{,}9635 + 0{,}25831\,(100 - p)$$

an, welche, wenn $p = 100$, also trockenes Fruktoseanhydrid gedacht wird, $[\alpha]_D = -113{,}96^0$ ergibt. Die von denselben angegebene, Temperatur und Konzentration gleichzeitig berücksichtigende Formel lautet für $p = 4$ bis 40 und $t = 12$ bis 45:

$$[\alpha]_D^t = -88{,}13 - 0{,}2583\,p + 0{,}6714\,(t - 20^0),$$

woraus sich für $t = 20^0$

und $p = 5$	$p = 10$	$p = 20$	$p = 30$	$p = 40$
$[\alpha]_D = -88{,}75$	$-90{,}04$	$-92{,}62$	$-95{,}20$	$-97{,}79$

berechnet.

Nach Ost ist bei $t = 20^0$ und $p = 1$ bis 30:

$$[\alpha]_D = -(91{,}90 + 0{,}111\,p),$$

was für

$p = 5$	$p = 10$	$p = 20$	$p = 30$
$[\alpha]_D = -92{,}45$	$-93{,}0$	$-94{,}12$	$-95{,}23$

ergibt. Parcus und Tollens fanden für $p = 10$ und $t = 20^0$:

$$[\alpha]_D = -92 \text{ bis } 95{,}5,$$

Rimbach und Weber für $c = 7$:

$$[\alpha]_D^{20} = -91{,}78 \text{ bis } -91{,}97.$$

Für $c = 13{,}6845$ und $t = 20^0$ berechnet sich aus den Konstanten des Invertzuckers (s. diesen) die Drehung für Fruktose zu $-94{,}48$.

Frische, in kaltem Wasser hergestellte Lösungen zeigen Birotation, welche beim Erwärmen rasch, nach Zusatz von wenig Ammoniak sofort verschwindet. Durch längeres Erwärmen und unter dem Einfluß von Säuren und anderen Stoffen erleidet die Drehung beträchtliche dauernde Veränderung; Alkohol, Kalk u. a. vermindern sie. Alkalische Bleiacetatlösung erhöht nach Grossmann die spezifische Drehung bei 17° C bis auf $+66{,}7$, Bleinitrat bis auf $+70{,}5$.

Völlig trockene Fruktose kann ohne Zersetzung bis zum Schmelzpunkt erhitzt werden, feuchte zersetzt sich schon gegen 60° unter Abspaltung von Wasser und Kohlensäure. Reine Lösungen vertragen ein Eindampfen auf dem Wasserbade, längeres Erhitzen vertragen auch sie nicht, sie färben sich bald gelb und braun und zeigen dann saure Reaktion; Reduktions- und Drehungsvermögen nehmen ab.

Wasserstoff aus Natriumamalgam in saurer Lösung reduziert zu d-Mannit und d-Sorbit, verdünnte Salpetersäure oxydiert zu Ameisensäure, Oxalsäure, Glykolsäure u. a., aber nicht Zuckersäure; Chlor und Silberoxyd oxydieren wesentlich zu Glykolsäure. Alkalien sowie Ammoniak, Kalk, Baryt wirken schon in der Kälte, rasch und tiefgreifend beim Erwärmen auf Fruktose ein, es entstehen l-Milchsäure, Saccharin u. a. Durch den Einfluß kleiner Mengen von Alkali wird unter Bildung von organischen Säuren die Fruktose in d-Glykose, Mannose und einige andere Ketosen umgewandelt. Durch Bleioxydhydrat oder Bleiessig erfolgt eine Umlagerung in Glutose. Kleine Mengen von Mineralsäuren bewirken beim Erwärmen keine Zerstörung, wohl aber eine Abnahme der Drehung durch Bildung von dextrinartigen Kondensationsprodukten, von denen das Lävulosin isoliert wurde, welches durch Hydrolyse mittels verdünnter Säuren wieder in Fruktose verwandelt werden kann.

Mineralsäuren in konzentriertem Zustande wirken rasch zerstörend unter Bildung von Humusstoffen, in verdünnterem Zustande und in der Wärme unter Bildung von Ameisensäure, Furfurol, wenig Kohlensäure, Lävulinsäure.

Mit Phenylhydrazin gibt d-Fruktose in der Kälte ein Hydrazon, das mit dem Reagens im Überschuß schon bei geringer Temperaturerhöhung in dasselbe Osazon verwandelt wird, welches aus d-Glykose entsteht. Für die d-Fruktose höchst charakteristisch ist das aus ihr und Methylphenylhydrazin entstehende Fruktose-Methylphenylosazon, das aus heißem Alkohol in gelbroten Nadeln vom Schmelzpunkt 158° kristallisiert.

Beim Vermischen alkoholischer Lösungen von Fruktose und Ätzkali oder Ätznatron fallen weiße, flockige Niederschläge von Kalium- bzw. Natriumfruktosat, $C_6H_{11}KO_6$ oder $C_6H_{11}NaO_6$, aus.

Ein Gemisch mehrerer Kalkfruktosate erhält man beim Eintragen von Kalkhydrat in verdünnte Fruktoselösung unter starker Kühlung in kristallinischer Form; Baryumfruktosat fällt aus einer Lösung von Fruktose und Barythydrat durch Zusatz von Alkohol aus.

Bleiessig fällt aus Fruktoselösungen bei Gegenwart von Salzen Bleifruktosat, nicht aber neutrales Bleiacetat in neutraler Lösung. Ganz besonders hat die Fruktose die Neigung, aus neutralen oder alkalischen Lösungen durch Bleiessig bei Gegenwart von Salzen solcher Säuren mit in den Niederschlag einzugehen, welche unlösliche Bleisalze geben. Da Bleicarbonat bei Gegenwart von wenig Fruktose in Natriumcarbonat löslich ist, so läßt sich aus einer mit Bleiessig behufs Klärung

zur Polarisation versetzten Fruktoselösung (und daher auch Invertzuckerlösung) der Überschuß des Bleisalzes nicht durch Natriumcarbonat, auch nicht durch Natriumsulfat, sondern nur durch Dinatriumphosphat (gewöhnliches phosphorsaures Natron) entfernen.

Fruchtzucker vergärt sehr leicht und rasch, mit gewöhnlicher Bier- und Weinhefe aber angeblich langsamer als Glykose. Die Produkte der alkoholischen Gärung sind dieselben wie bei dieser.

Zur qualitativen Erkennung der Fruktose dienen dieselben Reaktionen, wie bei der Glykose angegeben. Handelt es sich um Feststellung der ersteren neben dieser, so ist mit Vorteil der Versuch der Darstellung des charakteristischen Methylphenylosazons anzustellen. Die Fruktose (und auch andere Ketosen) gibt mit Resorcin und starker Salzsäure beim Erwärmen eine schön eosinrote Färbung; beim Erkalten entsteht ein roter, amorpher, in Alkohol mit intensiv roter Farbe löslicher Farbstoff; zur Ausführung der Reaktion versetzt man die verdünnte zu prüfende Lösung mit 1 Vol. rauchender Salzsäure, fügt dazu eine geringe Menge einer Lösung von 0,5 g Resorcin in 30 ccm Wasser und 30 ccm konzentrierter Salzsäure, und erwärmt das Gemisch vorsichtig. Diphenylamin gibt mit Fruktose eine intensiv dunkelblaue Färbung. Mit rauchender Salzsäure und dem doppelten Volum Sesamöl geschüttelt und schwach erwärmt oder der Ruhe überlassen färben sehr geringe Mengen Fruktose die Mischung rosa. Diese Farbreaktionen sind auf die Abspaltung von Furfurol zurückzuführen.

Für die quantitative Bestimmung kommt nur das Reduktionsvermögen gegen Metallsalzlösungen in Betracht, wobei zu berücksichtigen ist, daß reine Fruktoselösungen wohl niemals zur Untersuchung gelangen; die Polarisation allein kann der dabei vorhandenen vielen Fehlerquellen wegen keinen Aufschluß geben.

Invertzucker.

Ein Gemenge aus gleichen Teilen (Molekülen) Traubenzucker und Fruchtzucker heißt Invertzucker. Er entsteht aus Rohrzucker, indem sich dieser durch Einwirkung von Fermenten oder verdünnten Säuren unter gleichzeitiger Aufnahme der Elemente eines Moleküls Wasser (Hydrolyse oder Inversion) in jene beiden Bestandteile spaltet:

$$\underset{\text{Rohrzucker}}{C_{12}H_{22}O_{11}} + \underset{\text{Wasser}}{H_2O} = \underbrace{\underset{\text{Traubenzucker}}{C_6H_{12}O_6} + \underset{\text{Fruchtzucker}}{C_6H_{12}O_6}}_{\text{Invertzucker}}.$$

Er findet sich teils allein, teils mit Rohrzucker zusammen fertig gebildet in einer großen Anzahl von Früchten und anderen Pflanzenteilen, im Honig u. a. Künstlich stellt man ihn leicht durch Inversion von Rohrzucker dar (daher die Bezeichnung „Invertzucker"), indem man dessen Lösung mit verdünnten Säuren erwärmt.

Obiger Gleichung entsprechend nehmen 342,22 Gew.-Tle. Rohrzucker 18,02 Gew.-Tle. Wasser auf und geben 360,24 Gew.-Tle. Invert-

zucker. Es gibt also 1 Tl. Rohrzucker 1,05265 Tle. Invertzucker, und 1 Tl. Invertzucker entsteht aus 0,95 Tln. Rohrzucker.

Die Inversion vollzieht sich um so vollständiger und glatter, je niedriger die Erwärmung gehalten und je kleiner die Menge der angewandten Säure bemessen wird. Die untere Grenze für diese Menge ist bei den verschiedenen Säuren wechselnd, doch genügen in fast allen Fällen zehntel und hundertstel Prozente vom Betrage des zu invertierenden Zuckers. Eine 80 proz. Rohrzuckerlösung wird bei 80 bis 95° C innerhalb 30 bis 60 Minuten völlig invertiert durch 0,01 bis 0,02 Proz. Salzsäure, 0,03 bis 0,05 Proz. Schwefelsäure, 0,15 bis 0,25 Proz. Phosphorsäure, 0,2 bis 0,4 Proz. schwefliger Säure.

Der Invertzucker bildet in reinem Zustande einen angenehm süß schmeckenden, farblosen, im Dunkeln lange unverändert bleibenden Sirup, aus welchem nach einiger Zeit, wenn er dem Lichte ausgesetzt wird, Traubenzucker kristallinisch sich ausscheidet.

Er ist leicht löslich in Wasser und verdünntem, schwer löslich in absolutem Alkohol und zeigt in chemischer Beziehung alle Eigenschaften seiner beiden Bestandteile, des Fruchtzuckers und des Traubenzuckers, im besonderen ihr Verhalten gegen Alkalien und Kalk, sowie die Fähigkeit, reduzierend auf alkalische Kupferoxydlösung einzuwirken.

Was das optische Verhalten des Invertzuckers anbelangt, so hebt die starke Linksdrehung der einen Hälfte, der Fruktose, die ihr entgegenwirkende schwächere Rechtsdrehung der anderen Hälfte, der Glykose, nicht nur vollständig auf, sondern bleibt derart überwiegend, daß dem Gemisch, dem Invertzucker, die Eigenschaft zukommt, die Polarisationsebene nach links zu drehen.

Den diesbezüglichen Eigenschaften der Fruktose entsprechend, ist auch das Drehungsvermögen des Invertzuckers ebenfalls nicht konstant, sondern nimmt mit der Konzentration der Lösungen zu und mit steigender Temperatur in regelmäßiger Weise ab, bis bei 87° bis 88° C das Drehungsvermögen gleich Null wird und bei noch stärkerer Erhitzung in Rechtsdrehung übergeht.

Das spezifische Drehungsvermögen ist beim Prozentgehalt p zwischen 9 und 68 und der Temperatur 20° nach Gubbe:

$$[\alpha]_D^{20} = -19{,}447 - 0{,}060\,68\,p + 0{,}000\,221\,p^2,$$

oder auf die Konzentration c bezogen (c bis 35):

$$[\alpha]_D^{20} = -19{,}657 - 0{,}0361\,c.$$

Aus den Inversionskonstanten einer Normal-Rohrzuckerlösung (s. w. u.) berechnet sich für $t = 20°$ und $p = 27{,}369$:

$$[\alpha]_D^{20} = -20{,}704\,^{1)}.$$

1) Nämlich $= \frac{-32{,}66 \,.\, 100}{2 \,.\, 27{,}369} \cdot 0{,}347$ für Ventzkesche Skala.

Salzsäure und neutrale Salze erhöhen das Drehungsvermögen entsprechend ihrer Menge, Kalk und Alkohol vermindern es. Bleiessig fällt aus invertzuckerhaltigen Lösungen mehr Fruktose als Glykose[1]), so daß die Linksdrehung vermindert, unter Umständen sogar in eine Rechtsdrehung verwandelt wird. Bleiessig und Bleinitrat erhöhen nach Grossmann die spezifische Drehung bis auf + 162,5. Bei der Polarisation ist hierauf Rücksicht zu nehmen und der Bleiessig durch neutrales Bleiacetat zu ersetzen.

Eine wässerige Rohrzuckerlösung von 100° Rechtsdrehung, unter ganz bestimmten, genau einzuhaltenden, später zu erwähnenden Verhältnissen invertiert, zeigt eine Linksdrehung von — 42,66° bei 0° C, welche bei Temperaturerhöhung für je 1° C um 0,5° abnimmt, bei 20° C mithin — 32,66° beträgt. Es sind diese Zahlenwerte von besonderer Bedeutung für die polarimetrische Bestimmung des Invertzuckers sowie auch des Rohrzuckers. Da 26 g Rohrzucker nach der eingangs angegebenen Inversionsgleichung 27,369 g Invertzucker geben, so entsprechen einer Linksdrehung von — 1° Ventzke bei 20° C 0,838 g Invertzucker und 1 g Invertzucker einer Linksdrehung von — 1,193°, aber bei Anwendung des Normalgewichts für Rohrzucker (26 g), z. B. bei der Polarisation invertzuckerhaltiger Rohrzuckerprodukte, 1 Proz. Invertzucker einer Linksdrehung von

$$\frac{-32,66 \cdot 0,26}{27,369} = -0,31^\circ \text{ Ventzke}$$

bei 20° C.

Es ist darauf zu achten, daß alle Inversionspolarisationen bei derselben Konzentration ausgeführt werden, bei welcher die Inversion erfolgt ist, da bei einer Verdünnung vor der Polarisation diese anfangs zu niedrige Werte gibt, welche nur langsam, zuweilen erst nach Tagen, die normale Höhe erreichen.

Invertzucker vergärt mit Bierhefe leicht; 100 Tle. geben rund 48 Tle. Alkohol und 46 Tle. Kohlensäure; die frühere Behauptung, zuerst vergäre fast ausschließlich die Glykose bis etwa zur Hälfte ihres Betrages, worauf erst die Fruktose angegriffen würde, ist dahin richtig zu stellen, daß die verschiedenen Hefenarten, sowohl ihrer Natur wie den Versuchsbedingungen nach, auf beide Zuckerarten verschieden zu wirken vermögen; es kann danach tatsächlich bald die eine, bald die andere bevorzugt werden.

Zum qualitativen Nachweis des Invertzuckers bedient man sich fast ausschließlich der Metallreduktionen und vorwiegend der alkalischen Kupferoxydlösungen nach Fehling, das ist Kupfersulfat und Seignettesalz mit Ätznatron, oder nach Ost, das ist Kupfersulfat in Kalium-Carbonatlösung und -Bicarbonatlösung, oder nach Soldaini, das

[1]) Wiley, Zeitschr. d. Vereins d. Deutschen Zuckerindustrie 1909, S. 922, im nachstehenden stets unter der Bezeichnung „Zeitschrift" angeführt.

ist Kupfercarbonat (oder Kupfersulfat) in Kaliumbicarbonatlösung. Die gleichen Lösungen werden auch zur quantitativen Bestimmung benutzt, daneben zuweilen die Sachssesche Quecksilberlösung. Polarimetrisch läßt sich ein Vorhandensein von Invertzucker nur unter gewissen Bedingungen, seine Menge mit Sicherheit überhaupt nicht feststellen, da man über die Größe der nach den verschiedenen Umständen wechselnden Drehung niemals volle Gewißheit besitzt. In Gemischen mit Rohrzucker, wie oft erforderlich, ist eine genaue gewichtsanalytische Bestimmung nur bei sorgfältigem Einhalten bestimmter Mengenverhältnisse und gewisser Versuchsbedingungen und Vorsichtsmaßregeln möglich. Genaue Vorschriften hierüber sind im praktischen Teil angegeben.

Glutose.

Sie entsteht durch molekulare Umwandlung aus d-Glykose, d-Mannose und d-Fruktose durch verdünnte Alkalien oder Bleioxydhydrat. Aus diesem Grunde findet sie sich in Mengen von 1 bis 5 Proz. in manchen Kolonialmelassen, in welchen sie, da sie nicht gärungsfähig ist, im Gärrückstande nachgewiesen werden kann.

Sie ist amorph, leicht in Wasser löslich, von kaum merklichem Drehungsvermögen. Ihr Phenylosazon kristallisiert in Nadeln vom Schmelzpunkt 165°. Ihr Reduktionsvermögen gegen Fehlingsche Lösung ist etwa halb so groß wie das der Glykose.

Saccharose.

(Rohrzucker.)

Sie gehört zur Klasse der Disaccharide der Formel $C_{12}H_{22}O_{11}$ und ist zusammengetreten unter Wasserabspaltung aus den beiden Hexosen d-Glykose und d-Fruktose, in welche sie auch wieder durch Wasseraufnahme zerlegt werden kann. Während die letztere Reaktion leicht und völlig auf künstlichem Wege durch Erhitzen mit verdünnten Säuren ausgeführt werden kann, ist es noch nicht gelungen, die erstere auf dieselbe Weise zu bewerkstelligen; es ist ein Vorgang, der nur in den Pflanzen auf einem uns bislang unbekannten Wege, vermutlich durch Wirkung gewisser Enzyme, vonstatten geht.

Da über die Art der Anhydridbildung aus den beiden obengenannten Hexosen noch Zweifel bestehen, so sind die Ansichten über die Strukturformel des Rohrzuckers, wie überhaupt aller Disaccharide, noch ungeklärt.

Der Rohrzucker findet sich in einer großen Anzahl von Familien des Pflanzenreiches. So enthält das Zuckerrohr (*Saccharum officinarum*) im Zustande der Reife 14 bis 26 Proz. Zucker, die reife Zuckerhirse (*Sorghum saccharatum*) 10 bis 18 Proz., die Zuckerrübe (*Beta cycla*) und ihre Abarten 10 bis 20 und mehr Prozent; der Ahorn, die Birke, der Mais, manche Palmenarten und eine ganze Reihe der verschieden-

artigsten Früchte enthalten ihn und zum Teil in reichlichen Mengen. Er findet sich stets als ein Bestandteil des Saftes, in demselben aufgelöst, und zwar in fast allen Pflanzenteilen, in der Wurzel, im Stamm, in den Blättern, Blüten und Früchten.

Die Verteilung des Zuckers in den Pflanzen ist keine gleichmäßige; im Mark des Zuckerrohrs findet er sich in größerer Menge als in den Knoten, und in diesen in größerer als in der Rinde; in der Zuckerrübe ist er in der Mitte reichlicher vorhanden als im Kopf und Schwanz.

Der Rohrzucker entsteht in der Pflanze zur Zeit der Reife wohl wesentlich aus der Stärke, kann aber auch umgekehrt in letztere übergehen. In den Blättern des Zuckerrohrs soll zuerst Rohrzucker auftreten, aus dem durch Inversion Glykose und Fruktose entstehen, welche in den Stengel abwandern, wo sie zur Zeit der Reife sich wieder in Rohrzucker umsetzen. Auch in der Zuckerrübe nahm man früher das Blatt als das den Rohrzucker bildende Organ an, aus dem er in die Rübe wandern sollte. Nach neueren Forschungen Strakoschs[1]) bildet sich zuerst Glykose in den Blättern, dann vielleicht durch enzymatische Reaktion Fruktose, die beide sich dann, ebenfalls

Fig. 1.

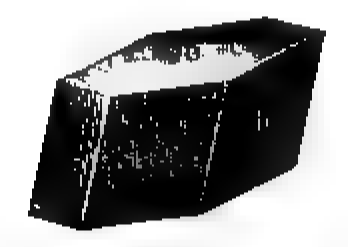


Fig. 2.

unter dem Einfluß von Enzymen, zu Rohrzucker vereinigen. Eine Bildung von Stärke tritt erst später ein; der Rohrzucker wandert dann aus dem Blatte in die Wurzel, nicht aber die Monosaccharide.

Für die Gewinnung im großen, also für die eigentliche Fabrikation von Zucker, finden nur das Zuckerrohr und die Zuckerrübe allgemeine Verwendung. Dem am längsten bekannten Vorkommen im Zuckerrohr verdankt das daraus erzeugte Produkt den Namen Rohrzucker.

Der Rohrzucker kristallisiert im monoklinen System und bildet glänzende, im reinen Zustande vollkommen durchsichtige, kurze, schiefe Säulen mit wechselnden und mannigfachen Abstumpfungen der Ecken und Kanten. Fig. 1 zeigt die Grundform, Fig. 2 eine der häufiger auftretenden Kombinationen.

Ein Vorhandensein mancher Nichtzuckerstoffe vermag die Form der sich bildenden Zuckerkristalle gelegentlich zu beeinflussen; so tritt

[1]) Zeitschr. 1907, S. 1057.

bei Gegenwart der oben erwähnten Raffinose, welche unter gewissen Umständen mit dem Rohrzucker gemeinschaftlich kristallisiert, sehr häufig eine besonders starke Ausbildung der einzelnen Kristalle in der Längenrichtung, eine nadelförmige oder spießige Kristallisation auf; eine Erscheinung, welche vorzugsweise bei den aus Melasse gewonnenen Zuckern beobachtet wird, da infolge der sonstigen Eigenschaften der Raffinose diese in den Melassen sich anzuhäufen pflegt.

Die Kristalle des Rohrzuckers sind luftbeständig, enthalten kein Kristallwasser und haben die Eigenschaft, beim Zerbrechen im Dunkeln elektrisch zu leuchten.

Der Rohrzucker besitzt einen rein süßen Geschmack; er ist leicht löslich in Wasser, und das Lösungsvermögen desselben wächst mit steigender Temperatur; 100 Tle. Wasser lösen bei 15° C 197 Tle., bei 100° C 487 Tle. Zucker, und 100 Tle. einer gesättigten Zuckerlösung enthalten bei 15° C 66,3 Tle. Zucker.

Bei der Auflösung findet eine regelmäßige, wenn auch geringe Zusammenziehung des Volums statt, deren Höchstbetrag nach Plato [1]) auf 1 Kilo bezogen bei 57,3 Proz., auf 1 Liter bezogen bei 62,0 Proz. liegt.

In absolutem Alkohol (Äthylalkohol) sowie in wasserfreiem Methylalkohol ist der Rohrzucker fast unlöslich. In verdünnten Alkoholen — Gemischen also aus Wasser und absolutem Alkohol — wächst die Löslichkeit des Zuckers mit der Menge des vorhandenen Wassers.

Beim Erkalten einer heiß gesättigten Lösung oder beim Verdunsten und Einkochen einer zuckerhaltigen Flüssigkeit scheidet sich der Zucker in Kristallen aus. Je reiner die Lösung, um so leichter erfolgt die Kristallisation; die Gegenwart von verändertem Zucker (Invertzucker), von Salzen und organischen Nichtzuckerstoffen erschwert oder verhindert dieselbe.

Besonders scheint die Bildung leicht löslicher Doppelsalze des Zuckers mit den Alkalisalzen und organischen Salzen die Entstehung nicht kristallisierbarer Lösungen (Melassebildung) zu begünstigen.

Das spezifische Gewicht des reinen, kristallisierten Zuckers beträgt, auf die Dichte des Wassers von 4° C bezogen, 1,5879, von 15° C 1,5892. Das spezifische Gewicht wässeriger Lösungen ist in den Tafeln I und II im analytischen Teil angegeben.

Der Rohrzucker besitzt in kristallisiertem Zustande keinerlei Einwirkung auf den polarisierten Lichtstrahl, seine Lösung hingegen dreht die Polarisationsebene nach rechts. Das spezifische Drehungsvermögen, auf wasserfreien Zucker berechnet, beträgt bei 20° C + 66,5 (Landolt), es ist jedoch nicht ganz konstant, sondern, wenn auch in sehr engen Grenzen, abhängig von der Temperatur und dem Prozentgehalt der bei der Beobachtung angewandten Lösung, und nimmt mit steigender

---

[1]) Zeitschr. 1909, S. 1102.

Temperatur um einen geringen Betrag ab [1]), mit steigender Verdünnung etwas zu.

Nach Schmitz ist für die Normaltemperatur 20° C und für den Prozentgehalt $p = 5$ bis 65:

$$[\alpha]_D^{20} = +66{,}51 + 0{,}004\,508\,p - 0{,}000\,280\,52\,p^2.$$

Daraus berechnet sich

für $p = 5$	$p = 10$	$p = 20$	$p = 30$	$p = 40$	$p = 50$
$[\alpha]_D^{20} = +66{,}53$	66,53	66,49	66,39	66,24	66,03.

Das Normalgewicht für die Polarisationsapparate mit Ventzkescher Skala beträgt 26,0 g für die Normaltemperatur von 20° C und wahre Cubikcentimeter.

Die Gegenwart von Alkohol im Lösungsmittel bedingt eine Veränderung der Drehung nicht. Dagegen bewirkt die Anwesenheit von Alkalisalzen, namentlich der Kohlensäure, der Essigsäure und der Schwefelsäure, von Chloralkalien und freien Alkalien sowie von Kalk, Baryt, Strontian u. a. eine Verminderung der Drehung. Bleiessig beeinflußt selbst bei Zusatz des gleichen Volums die Drehung wässeriger Zuckerlösungen nicht; alkoholische Lösungen zeigen, infolge der Bildung in Alkohol löslicher Blei-Saccharate, eine gewisse Abnahme der Drehung, die namentlich in konzentrierten und alkoholreichen Lösungen bemerkbar wird.

Trocken auf 100 bis 110° C erhitzt, bleibt der Zucker zunächst unverändert, bei fernerer langsamer Wärmesteigerung schmilzt er bei etwa 160° C, anfangs unzersetzt, zu einer klaren Flüssigkeit, welche beim Erkalten zu einer nicht kristallisierten oder amorphen, glasartigen Masse erstarrt, die nach einiger Zeit wieder ein kristallinisches Gefüge annimmt und dadurch undurchsichtig wird.

Erhält man den geschmolzenen Zucker eine Zeitlang auf der Schmelztemperatur von 160°, so zerfällt er ohne Gewichtsverlust in d-Glykose und Lävulosan (S. 12). Erhitzt man Rohrzucker mit wenig Wasser langsam auf 150°, so entsteht eine glasartige Masse; hält man die Temperatur nun längere Zeit auf 160°, so verschwindet allmählich die Rotation und man erhält schließlich einen farblosen, optisch inaktiven Zucker, der bis zu 50 Proz. der angewendeten Zuckermenge beträgt und Fehlingsche Lösung stark reduziert. Vermutlich wird hierbei vom Rohrzucker 1 Mol. Wasser aufgenommen, so daß also Invertzucker entstände; die Fruktose gibt dann bei der hohen Temperatur Lävulosin, einen dextrinartigen Stoff, der beim Erhitzen mit verdünnten Säuren Fruktose liefert. Erhitzt man Rohrzucker in einem Glaskolben unter Luftleere im Ölbade auf etwa 200° und zieht die schwarz-

[1]) Schönrock, Zeitschr. 1900, S. 413; 1901, S. 106; 1903, S. 650. Die Abnahme beträgt bei der Normallösung für je 1° C 0,022° Ventzke.

braune Masse mit heißem Methylalkohol aus, so hinterbleibt eine in Wasser lösliche, sehr stark färbende, nicht vergärbare, durch Bleiessig nicht fällbare, geschmacklose Substanz, Saccharan, welche einheitlich zu sein scheint und durch Abspaltung von 2 Mol. Wasser aus 1 Mol. Rohrzucker entstanden ist:

$$C_{12}H_{22}O_{11} = 2\,H_2O + C_{12}H_{18}O_9.$$

Durch längeres Erhitzen mit verdünnten Säuren wird das Wasser wieder aufgenommen, es entsteht dabei aber natürlich nicht Rohrzucker, sondern Invertzucker, dessen Bestandteil Fruktose durch die Einwirkung der Säure aber zum größten Teil zerstört wird, so daß wesentlich nur Glykose verbleibt.

Durch eine weitere Steigerung der Temperatur über den Schmelzpunkt hinaus tritt bei 200 bis 210° C völlige Zersetzung des Zuckers ein; unter lebhafter Gasentwickelung bilden sich dunkelbraun gefärbte, bitter schmeckende Produkte, die man Karamel, karamelisierten Zucker[1]) nennt; bei noch stärkerem Erhitzen wird die sich heftig aufblähende und spritzende Masse schwarz, stößt reichliche Mengen unangenehm riechender, zum Teil brennbarer Gase aus (Kohlenoxyd, Kohlensäure, Aldehyd, Akroleïn u. a.), und hinterläßt schließlich eine blasige, glänzende, äußerst harte und sehr schwer verbrennbare Kohle.

Beim Erwärmen neutraler, wässeriger Zuckerlösungen findet bis etwa 70° C keine bemerkenswerte Zersetzung statt, darüber hinaus indessen und bei länger andauerndem Erhitzen beginnt ein allmählicher Zerfall unter Bildung dunkel gefärbter Produkte.

Beim Erwärmen mit Kalk und mit den verdünnten Lösungen der Alkalien oder kohlensauren Alkalien wird die wässerige Lösung des Rohrzuckers nicht verändert, im besonderen nicht gelb gefärbt oder gebräunt; auch findet beim Erhitzen einer solchen Lösung mit alkalischer Kupferoxydlösung keine Reduktion der letzteren, also keine Ausscheidung von rotem Kupferoxydul statt.

Starke Oxydationsmittel zersetzen den Zucker vollständig. Beim Erwärmen mit mäßig konzentrierter Salpetersäure ändert sich unter heftiger Reaktion der Rohrzucker in Zuckersäure um, beim Kochen mit Salpetersäure entsteht unter lebhaftem Entweichen roter Dämpfe neben anderen Verbindungen Oxalsäure.

Konzentrierte Schwefelsäure verkohlt den Zucker unter starker Erhitzung und heftiger Entwickelung von schwefliger Säure, Ameisensäure, Kohlensäure und Kohlenoxyd. In ähnlicher Weise zersetzend wirken konzentrierte Salzsäure und Phosphorsäure.

Verdünnte Säuren, auch organische, selbst Kohlensäure invertieren in der Wärme den Rohrzucker (s. Invertzucker, S. 16) rasch. Die ver-

---

[1]) Die zum Färben von Zucker und anderen Stoffen häufig benutzte, sogenannte „Zuckercouleur“ besteht im wesentlichen aus Karamel.

schiedenen Säuren besitzen aber verschiedene Inversionskraft, sie invertieren bei gleichen Verhältnissen in derselben Zeit verschiedene Mengen.

Mit den Halogenalkalien bildet der Rohrzucker leicht lösliche Doppelverbindungen, z. B. $C_{12}H_{22}O_{11}$, $NaCl + 2H_2O$; $2C_{12}H_{22}O_{11}$, $3NaCl + 4H_2O$; $C_{12}H_{22}O_{11}$, $KCl + 2H_2O$; mit Kalium und Natrium beim Vermischen alkoholischer Zuckerlösungen mit konzentrierter Kali- oder Natronlauge entstehen gelatinöse, nicht süße, in Wasser sehr lösliche und durch Kohlensäure zerlegbare Saccharate $C_{12}H_{21}O_{11}K$ und $C_{12}H_{21}O_{11}Na$. Durch Kochen einer Zuckerlösung mit Barytwasser entsteht ein in barythaltigem Wasser fast unlösliches Baryumsaccharat, $C_{12}H_{22}O_{11}$, BaO. Läßt man eine mit siedend heiß gesättigter Strontianhydratlösung versetzte Zuckerlösung unter zeitweiligem Rühren langsam erkalten, so scheidet sich ein Monostrontiumsaccharat, $C_{12}H_{22}O_{11}$, $SrO + 5H_2O$, ab; ein Distrontiumsaccharat, $C_{12}H_{22}O_{11}$, $2SrO$ entsteht, wenn in kochende Zuckerlösung auf 1 Mol. Zucker mehr als 2 Mol. Strontiumhydrat eingetragen werden; dieses Hydrat bildet kristallinische Massen, die in siedendem Wasser schwer löslich, in alkalischen Flüssigkeiten fast unlöslich, in Zuckerlösung leicht löslich sind. Man benutzt die Bildung dieses Saccharats zur Entzuckerung der Melassen. Die Saccharate des Calciums hatten früher zu gleichem Zweck hohe Bedeutung; durch Einrühren von gebranntem Kalk in Zuckerlösungen und Ausfällen mit Alkohol entsteht das Monocalciumsaccharat, $C_{12}H_{22}O_{11}$, CaO, das in Wasser sehr löslich ist; die wässerige Lösung trübt sich beim Erwärmen und zerfällt beim Kochen nach der Gleichung

$$3\,C_{12}H_{22}O_{11},\ CaO = C_{12}H_{22}O_{11},\ 3\,CaO + 2\,C_{12}H_{22}O_{11}$$

in unlösliches Tricalciumsaccharat und freien Zucker. Unter geeigneten Bedingungen kann man auch ein anderthalb-basisches Saccharat der Formel $(C_{12}H_{22}O_{11})_2$, $3CaO$ sowie ein Dicalciumsaccharat, $C_{12}H_{22}O_{11}$, $2CaO$, und andere erhalten. Alle diese Saccharate werden durch Säuren, schon durch die schwache Kohlensäure, in freien Zucker und Metallcarbonate zerlegt. Auch mit anderen Metalloxyden bildet der Rohrzucker Saccharate, so mit Magnesia, Eisenoxyd, Kupferoxyd, Bleioxyd u. a. m.

Die Saccharose ist nicht direkt gärungsfähig, sondern muß erst durch Säuren oder Fermente in Invertzucker verwandelt werden. Bei der alkoholischen Gärung übernimmt das in der Hefe enthaltene Enzym Invertin die Rolle des den Rohrzucker hydrolysierenden Körpers.

Rohrzucker wirkt auf Metallsalze nicht direkt reduzierend, sondern erst nach erfolgter Inversion; auch gibt er mit Phenylhydrazin keine Verbindung. Sein qualitativer Nachweis gelingt nur durch Abscheidung in Substanz und die Bestimmung der physikalischen und chemischen Eigenschaften. Die bei der Glykose und Fruktose erwähnten Farbenreaktionen gelten auch für den Rohrzucker. Die quantitative

Bestimmung ist durch Polarisation, das spezifische Gewicht und durch Umwandlung in Invertzucker und Bestimmung des letzteren zu erreichen, und die Vorschriften hierfür sind eine Hauptaufgabe der vorliegenden Anleitung.

Maltose.

(Malzzucker, Maltobiose, Ptyalose, Cerealose.)

Sie scheint im Pflanzenreich ziemlich weit verbreitet zu sein, ist aber bisher nur in wenigen Fällen als Substanz abgeschieden und mit Bestimmtheit nachgewiesen worden. Daß sie im käuflichen, mit starken Mineralsäuren hergestellten Stärkezucker und Stärkesirup vorkomme, ist von manchen Chemikern behauptet, von anderen aber bezweifelt oder verneint; es ist dies eines der umstrittensten Kapitel der Chemie der Kohlehydrate und von grundlegender Bedeutung für die Analyse der Stärkesirupe [1]).

Die Maltose ist ein Umwandlungsprodukt des Stärkemehls und entsteht, wenn man dasselbe in mit Wasser verkleistertem Zustande bei einer Temperatur von etwa 50° C mit einem wässerigen Auszuge von Malz behandelt. Dabei geht das Stärkemehl zunächst in Dextrin, dann erst dieses in Maltose über. Die Ursache der Umwandlung ist ein Enzym, die Diastase, welche beim Malzen (Keimen) des Getreidekornes aus den stickstoffhaltigen Bestandteilen desselben sich bildet und, in Wasser löslich, in den wässerigen Auszug übergeht. In ähnlicher Weise wirken auch einige andere Fermente, so das Enzym des Speichels, das Ptyalin, woher die Bezeichnung Ptyalose für Maltose. Schwache organische Säuren, z. B. Oxalsäure, hydrolysieren die Stärke zu einem Gemisch von Glykose und Maltose [2]).

Die Maltose besitzt die Formel $C_{12}H_{22}O_{11}$ und kristallisiert aus konzentrierten Lösungen als Hydrat, $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$, in feinen, weißen, kugelig zusammenschießenden Nadeln von süßem Geschmack und dem spez. Gew. 1,620. Sie ist leicht löslich in Wasser, Alkohol und Methylalkohol.

Beim Erwärmen an der Luft entweicht das Kristallwasser bei 100 bis 110° C, doch tritt schon bei dieser Temperatur Bräunung und Zerfall des Zuckers ein. Das Anhydrid ist amorph und so hygroskopisch wie Chlorcalcium.

Mit Ammoniak und Alkalien zusammengebracht, färben sich, namentlich beim Erwärmen, Maltoselösungen gelb bis braun und zersetzen sich dann unter Bildung saurer Produkte (Milchsäure); mit verdünnten Mineralsäuren erwärmt, werden sie invertiert, aber schwerer

---

[1]) Vgl. hierzu die Literatur in Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 3. Aufl., S. 1461, sowie v. Raumer, Zeitschr. f. Unters. d. Nahr.- u. Genußm. 1905, 1, 725 und Rössing, Chem.-Ztg. 1905, S. 867.

[2]) Ost, Zeitschr. f. angew. Chem. 1904, S. 1663.

als Rohrzucker, und geben nur Traubenzucker, bei langdauerndem Erhitzen braune Huminstoffe.

Bei Oxydation durch Salpetersäure entsteht Zuckersäure.

Alkalische weinsteinsaure Kupferoxydlösung wird durch eine wässerige Lösung von Maltose beim Erwärmen unter Ausscheidung von rotem Kupferoxydul reduziert, eine neutrale Lösung von essigsaurem Kupferoxyd (Barfoëdsches Reagens) hingegen bleibt unzersetzt. Durch das letztere Verhalten unterscheidet sich Maltose vom Traubenzucker, welcher auch aus dieser essigsauren Kupferoxydlösung unter Reduktion des Kupfersalzes Kupferoxydul ausscheidet.

Leicht und vollständig vergärbar, liefert die Maltose bei der geistigen und sauren Gärung dieselben Produkte wie Traubenzucker.

Maltose dreht die Polarisationsebene stark nach rechts; die spezifische Drehung beträgt nach Herzfeld bei 20°C = + 138,29 und wird durch Konzentration und Temperatur in geringem Maße beeinflußt; für eine Abnahme von je 10° C vermindert sich die spezifische Drehung um etwa 1,5°.

Das Normalgewicht beträgt für das Polarimeter mit Ventzkescher Skala 12,547. Frisch bereitete Lösungen zeigen eine wesentlich geringere Drehung (Halbrotation), welche allmählich (im Laufe von etwa 24 Stunden) auf den normalen Zustand sich einstellt und dann nicht weiter ändert. Ein Erhitzen wässeriger Lösungen oder ein Ammoniakzusatz hebt die Halbrotation sofort auf.

Das Phenylhydrazon ist leicht löslich in absolutem Alkohol; das Osazon scheidet sich erst beim Erkalten seiner Lösung ab und kristallisiert in feinen Nadeln vom Schmelzpunkt 206°. Andere Methoden zum qualitativen Nachweis der Maltose sind nicht bekannt. Die quantitative Bestimmung erfolgt mittels Fehlingscher Lösung.

Laktose.

(Milchzucker, Laktobiose.)

Sie findet sich in der Milch der Säugetiere, in der Kuhmilch zu 4 bis 5 Proz., und wird daraus gewonnen, indem man das Caseïn durch Lab ausfällt, die davon getrennte Flüssigkeit, die Molke, eindampft und den ausgeschiedenen Zucker aus Wasser umkristallisiert. Der Milchzucker kommt in mehreren Modifikationen vor, nach älteren Angaben in fünf, nach neueren nur in drei. Die α-Form $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$ wird in großen, doppelt brechenden Kristallen erhalten, welche schwach süß schmecken, deren spezifisches Gewicht verschieden zu 1,525 bis 1,5384 angegeben ist. Durch Zusatz von Alkohol zu einer heißen wässerigen Milchzuckerlösung erhält man das Hydrat $5\,C_{12}H_{22}O_{11} + 2\,H_2O$ als kristallinisches Pulver. Das kristallisierte Hydrat löst sich in 5,87 Tln. Wasser von 10°, in 2,5 Tln. Wasser von 100°. Salze erhöhen die Löslichkeit, auch die in Alkohol, und umgekehrt erhöht Milchzucker

die Löslichkeit der Salze. Auch die Gerinnung des Eiweißes in der Hitze wird durch reichliche Mengen von Milchzucker verhindert.

Milchzucker ist rechtsdrehend, sein spezifisches Drehungsvermögen ist + 52,53, das Normalgewicht für Apparate mit Ventzkescher Skala und die Normaltemperatur von 20° C = 32,916 g, so daß 1° also 0,32916 g Milchzuckerhydrat anzeigt. Frisch dargestellte Lösungen zeigen Multirotation, die durch Erhitzen oder Zufügung von wenig Ammoniak in die normale übergeht. Alkalien und Bleiessig vermindern die Drehung.

Die β-Form ist wasserfrei und entsteht als weiße hygroskopische Masse beim Erhitzen des α-Hydrats auf 130°. Das Drehungsvermögen dieser Form ist dasselbe wie das der ersterwähnten.

Die γ-Form erhält man durch Eindampfen von Milchzuckerhydratlösung zur Trockne als kleinkristallinische, nicht hygroskopische Masse. Eine frisch bereitete Lösung dieser Form zeigt aber Halbrotation, welche allmählich in die normale übergeht; die Lösung enthält dann die α-Form.

Milchzucker schmilzt bei 202 bis 203°. Durch Wasserstoff aus Natriumamalgam wird er in Mannit und Dulcit übergeführt, Brom oxydiert bei mäßiger Einwirkung zu Laktobionsäure, welche durch verdünnte Säuren in d-Glykose und d-Glykonsäure gespalten wird. Bei stärkerer Einwirkung des Broms entsteht d-Galaktonsäure, verdünnte Salpetersäure oxydiert zu Kohlensäure, Oxalsäure, Weinsäure, Traubensäure, Zuckersäure und Schleimsäure. Alkalien und Ammoniak wirken zersetzend unter Bildung von viel Milchsäure, Essigsäure, etwas Ameisensäure und Kohlensäure; erhitzt man mit Kalilauge, so entstehen hauptsächlich Kohlensäure und Oxalsäure, mit Natronlauge dagegen Milchsäure und Ameisensäure.

Bei längerer Einwirkung sehr verdünnter Alkalien erleidet Milchzucker ähnliche Umwandlungen wie die Hexosen. Mit Kalkhydrat behandelt liefert er Metasaccharinsäure und Isosaccharinsäure.

Mit verdünnten Säuren erhitzt liefert Milchzucker als Produkte der langsam verlaufenden Hydrolyse d-Glykose und d-Galaktose. Metallsalzlösungen werden von ihm direkt reduziert. Einer alkoholischen Gärung durch Alkoholhefen unterliegt er nicht, wohl aber unter der Mitwirkung der sogenannten Milchzuckerhefen und des Kefirs.

Melibiose.

Diese entsteht neben Fruktose durch schwache Hydrolyse der Raffinose mittels verdünnter Essigsäure:

$$C_{18}H_{32}O_{16} + H_2O = C_{12}H_{22}O_{11} + C_6H_{12}O_6$$

und bei der teilweisen Vergärung der Raffinose durch gewisse Hefen. Bei stärkerer Hydrolyse durch Mineralsäuren zerfällt sie in d-Glykose und d-Galaktose:

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O = C_6H_{12}O_6 + C_6H_{12}O_6.$$

Der Vorgang ist also hier der gleiche wie beim Milchzucker, doch ist der letztere leichter hydrolysierbar.

Die Melibiose kristallisiert als Hydrat $C_{12}H_{22}O_{11} + 2H_2O$.

Das spezifische Drehungsvermögen bei 20° ist für das Hydrat zu + 129,38 bis 129,64 bestimmt, woraus sich für das Anhydrid + 142,99 bis 143,27 berechnet.

Raffinose.

(Melitose, Melitriose, Baumwollzucker, Gossypose.)

Raffinose, zuerst 1876 von Loiseau bei Raffination (daher die Benennung dieses Körpers) von Rübenmelassen abgeschieden, später namentlich von Tollens, v. Lippmann und Herzfeld genauer studiert, hat sich im Laufe weiterer Forschung als Bestandteil verschiedenartiger Pflanzen nachweisen lassen. In größerer Menge in den Samen der Baumwollenpflanze [1]) enthalten und daraus gewinnbar, ist die Raffinose auch in der Zuckerrübe (bis zu 0,02 Proz.) erkannt worden [2]) und findet sich infolgedessen nicht nur in den oben erwähnten Melassen, sondern auch in den übrigen Produkten der Zuckerrübenfabrikation, je nach deren Beschaffenheit in größerer oder geringerer Menge. Sie entsteht nicht, wie früher von einigen angenommen wurde, im Fabrikbetriebe aus dem Rübenzucker unter dem Einfluß heißer Alkalien oder des Kalks, sondern nach Beobachtungen Herzfelds bei kalter Witterung in den ersten Wachstumsperioden der Rüben oder bei Frost vor der Ernte, vielleicht aus den Pektinstoffen, welche durch besondere Enzyme in Galaktose verwandelt werden, die dann mit dem Rohrzucker unter Wirkung eines Enzyms zu Raffinose zusammentritt.

In heißem Wasser viel leichter löslich als der Rohrzucker und durch die üblichen Reinigungsverfahren der Rübensäfte nicht abscheidbar, verbleibt die Raffinose infolge dieser Eigenschaften im Laufe des Fabrikationsbetriebes zum allergrößten Teile den Abläufen und Sirupen und häuft sich demzufolge in den Restprodukten, also namentlich in den Melassen, allmählich an.

Während somit die kristallisierten Produkte der Rohrzuckerfabrikation meist keine oder nur Spuren von Raffinose enthalten, gelangt dieselbe bei der Melasseentzuckerung mit dem Rohrzucker gemeinschaftlich zur teilweisen Ausscheidung in fester Form und kann dann Anlaß geben zu der schon oben erwähnten Umformung der Rohrzuckerkristalle, zu jener „spitzigen“ Beschaffenheit, durch welche raffinosehaltige Zucker nicht selten sich erkennbar machen. Diese Beschaffenheit läßt aber nicht unter allen Umständen die Anwesenheit von Raffinose erkennen, sondern kann auch durch andere Umstände, Störungen in der normalen Ausbildung der Zuckerkristalle, veranlaßt sein.

---

[1]) Gossypium, daher der Name Gossypose.

[2]) v. Lippmann, Ber. d. deutsch. chem. Ges. 18, 3087.

Die bis zu 16 Proz. Raffinose enthaltenden Restabläufe der mit Strontian arbeitenden Melasseentzuckerungsanstalten sind zurzeit das geeignetste Material zur Gewinnung reiner Raffinose [1]).

Die wasserfreie Raffinose besitzt die Formel $C_{18}H_{32}O_{16}$ und kristallisiert aus reinen wässerigen Lösungen als Hydrat mit 5 Mol. Wasser in feinen, weißen, 15,1 Proz. Kristallwasser einschließenden Nadeln nach der Formel: $C_{18}H_{32}O_{16} + 5H_2O$.

Bei sehr langsamer Erwärmung auf 100° bis 105° C werden die Kristalle wasserfrei, bei schnellem Erhitzen schmelzen sie dagegen schon unter 100° C in ihrem Kristallwasser, dessen gänzliche Entfernung alsdann schwierig und erst bei gleichzeitig beginnender, weitergehender Zersetzung (bei 130° C) erfolgt. Noch stärkere Erhitzung bewirkt Verkohlung. Das langsam entwässerte Anhydrid $C_{18}H_{32}O_{16}$ nimmt beim Stehen an feuchter Luft das gesamte Kristallwasser allmählich wieder auf.

Raffinose ist in kaltem Wasser schwerer, in heißem leichter löslich als Rohrzucker; sie löst sich leicht (1 : 10) in absolutem Methylalkohol, welche Eigenschaft zur Trennung von Rohrzucker benutzt wird. Sie ist unlöslich in absolutem Alkohol, in verdünntem um so löslicher, je höher der Wassergehalt und die Temperatur desselben. Süßen Geschmack besitzen die Lösungen nicht.

Die Lösungen der Raffinose drehen die Polarisationsebene stark nach rechts. Tollens bestimmte in 10proz. Lösung für das Hydrat die spezifische Drehung $[\alpha]_D = +104,5^0$ und fand sie von Temperatur und Konzentration der Lösungen nur unwesentlich beeinflußt und gleich groß in alkoholischer wie wässeriger Lösung.

Löst man 26,0 g Raffinosehydrat oder entsprechend 22,06 g Anhydrid in Wasser von 20° C zu 100 (wahren) ccm Flüssigkeit — 26 g Rohrzucker würden in solchem Falle + 100° Drehung anzeigen —, so erhält man eine Lösung von + 157,15° Drehung.

Danach ist das Drehungsvermögen des Raffinosehydrats 1,5715 mal, des Raffinoseanhydrids 1,852 mal stärker als das des Rohrzuckers. Es erhellt daraus der Grund, weshalb die einfache Polarisation raffinosehaltiger Zuckerprodukte, wie sie im Handel sich zeigen, nicht maßgebend sein kann für den Gehalt desselben an Rohrzucker.

Bleiessig, in größerer Menge zur Klärung beigegeben, setzt die Drehung bedeutend herab. Während er reine wässerige Raffinoselösungen in keiner Weise beeinflußt, scheidet er aus stark salzhaltigen oder in Gegenwart von Ammoniak aus stark alkoholischen oder methylalkoholischen Lösungen die Raffinose in Form einer saccharatähnlich zusammengesetzten, in Wasser und Alkohol unlöslichen Bleiverbindung $C_{18}H_{32}O_{16}$, 3 PbO aus.

---

[1]) v. Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 3. Aufl., S. 1628 u. f.

Alkalilaugen und Kalk bleiben beim Kochen ohne wesentliche Einwirkung auf Raffinose, verdünnte Mineralsäuren invertieren, Oxydationsmittel zersetzen sie wie den Rohrzucker.

Bei Behandlung mit starker Salpetersäure bildet sich neben Oxalsäure und Zuckersäure auch Schleimsäure.

Schwache Säuren invertieren die Raffinose zunächst zu Fruktose und Melibiose (S. 26), bei stärkerer Inversion entstehen Fruktose, d-Glykose und d-Galaktose:

$$C_{18}H_{32}O_{16} + 2H_2O = 3C_6H_{12}O_6.$$

Der invertierten Flüssigkeit verbleibt, infolge der starken Rechtsdrehung der Galaktose, eine wenn auch stark verminderte Rechtsdrehung, so zwar, daß eine Lösung von 16,545 g Raffinosehydrat zu 100 (wahren) ccm Flüssigkeit, welche vor der Inversion $+100^0$ Drehung anzeigt, nach der Inversion noch $51{,}24^0$ Rechtsdrehung besitzt. Das Drehungsvermögen geht bei dieser Behandlung somit auf etwa die Hälfte hinunter, ohne noch weiter zu sinken; erhitzt man aber längere Zeit mit etwas stärkerer Säure, so sinkt die Drehung auf ein Fünftel des ursprünglichen Wertes infolge der Zersetzung des Invertzuckers.

Nach Neuberg[1]) wird die Raffinose durch Emulsin, das Ferment der bittern Mandeln, anders als durch Säuren gespalten, nämlich in Rohrzucker und Galaktose:

$$C_{18}H_{32}O_{16} + H_2O = \underset{\text{Galaktose}}{C_6H_{12}O_6} + \underset{\text{Rohrzucker}}{C_{12}H_{22}O_{11}}.$$

Abgesehen von der Möglichkeit, hierdurch die großen für die Industrie wertlosen Mengen an Raffinose durch Umwandlung in Rohrzucker zu verwerten, ist diese Reaktion die erste und bislang einzige zur qualitativen Erkennung der Raffinose in Gemischen mit Rohrzucker, unter der Voraussetzung, daß andere reduzierende Zuckerarten nicht vorhanden sind. Zu dem Zweck löst man 10 g des zu untersuchenden Zuckers in 100 ccm Wasser, fügt eine Messerspitze käufliches Emulsin und einen Tropfen Toluol hinzu und überläßt die Mischung 24 Stunden bei einer Temperatur von etwa 38^0 der Ruhe; bei alkalischer Reaktion des Zuckers ist diese möglichst zu neutralisieren. Die Mischung fängt bei Anwesenheit von Raffinose schon nach wenigen Stunden infolge der Entstehung der reduzierenden Galaktose an, Fehlingsche Lösung zu reduzieren. Das Emulsin muß vorher daraufhin geprüft werden, ob seine wässerige Lösung nicht schon allein reduzierend wirkt.

Polarimetrisch läßt sich die Einwirkung des Emulsins auf die Raffinose nicht verfolgen, da aus den Proteïnsubstanzen des angewendeten Emulsinpräparates stets erhebliche Mengen linksdrehender Stoffe in Lösung gehen.

---

[1]) Zeitschrift 1907, S. 440.

Beim Erwärmen mit alkalischer Kupferoxydlösung tritt keine Ausscheidung von Kupferoxydul, also keine Reduktion ein.

Die Raffinose ist gärungsfähig, wenn auch, je nach der verwendeten Hefeart, in verschiedenem Grade.

Die quantitative Bestimmung in Gemischen mit Rohrzucker erfolgt auf polarimetrischem Wege, setzt aber die Abwesenheit anderer optisch aktiver Zucker außer der des ersteren voraus. Bei Gegenwart solcher ist eine aus Polarisation und gewichtsanalytischer Gesamtzuckerbestimmung nach erfolgter Inversion vereinigte Methode anzuwenden. Das Nähere hierüber im analytischen Teile.

Die analytischen Bestimmungsmethoden.

Bei der quantitativen Bestimmung des Gehalts an Zucker in zuckerhaltigen Stoffen kommt, sowohl bei der Betriebskontrolle innerhalb der Fabriken, wie im Handelsverkehr an erster Stelle die Bestimmung des Rohrzuckers in Frage, daneben häufig die des Invertzuckers und in gewissen Fällen die der Raffinose, zweier Körper, deren Anwesenheit den Handelswert rohrzuckerhaltiger Stoffe nicht unerheblich, und zwar meist ungünstig zu beeinflussen imstande ist.

Es treten indessen auch andere Erzeugnisse, Invertzuckersirupe, Stärke- oder Glykosezucker in fester und flüssiger Form, sowie Maltosefabrikate mehr und mehr im Handel auf und verlangen angemessene Berücksichtigung.

Es handelt sich bei der Bestimmung der verschiedenen Zucker im wesentlichen um drei analytische Methoden, welche man unter dem Namen Saccharimetrie (saccharimetrische Methoden) zusammenfaßt. Wo nicht von vornherein Flüssigkeiten zur Untersuchung vorliegen, erfordern sie sämtlich die Herstellung geeigneter Zuckerlösungen.

Die am häufigsten angewendete Methode ist die Polarisationsmethode. Sie beruht auf der physikalischen Eigenschaft der Zuckerlösungen, eine Drehung der Schwingungsebene des polarisierten Lichtstrahles zu bewirken, und aus dieser Drehung selbst und dem größeren oder kleineren Betrage derselben schließt man auf Art und Menge des Zuckergehaltes der untersuchten Lösung, welche zu diesem Zwecke in bestimmter Weise hergestellt wird. Die Ermittelung der Ablenkung und ihrer Größe geschieht in besonders dazu konstruierten Apparaten, die man Polarisationsapparate oder Polarimeter nennt.

Die zweite Bestimmungsart ist die aräometrische oder spezifische Gewichtsmethode. Sie gründet sich auf die Feststellung des spezifischen Gewichtes von Zuckerlösungen. Es wird dasselbe um so größer, je höher der prozentische Gehalt der Lösungen an festem Zucker steigt. Die Bestimmung wird um so richtiger, je reiner die Lösung ist, und um so unzuverlässiger, je mehr fremde Stoffe die Lösung neben Zucker gelöst enthält, da diese das spezifische Gewicht ebenfalls beeinflussen.

Die dritte, die Inversionsmethode, erfordert beim Rohrzucker zunächst seine Umwandlung (Inversion) in sogenannten reduzierenden

Zucker, in Invertzucker. Man erwärmt zu diesem Zwecke, und zwar nach ganz bestimmten Vorschriften, die betreffende Zuckerlösung mit einer verdünnten Säure, man „invertiert" den gelösten Zucker und findet entweder aus dem vor und nach der Inversion ermittelten Drehungsbetrage dieser Flüssigkeit den gesuchten Zuckergehalt durch Rechnung (optische Inversionsmethode) oder man ermittelt die nach Zusatz einer alkalischen Kupferlösung beim Kochen sich ausscheidende Menge Kupferoxydul[1]), welche bei Einhaltung bestimmter Bedingungen der vorhanden gewesenen Zuckermenge gleichwertig ist, mittels Wägung (gewichtsanalytische Inversionsmethode), oder endlich, man mißt, wieviel von der invertierten Zuckerlösung erforderlich ist, um eine gewisse Menge einer alkalischen Kupferlösung von bestimmtem, vorher festgestelltem Wirkungswert vollständig zu zersetzen (maßanalytische Inversions- oder Titriermethode).

Die alkalische Kupferlösung dient auch, und zwar unter Anwendung sowohl des gewichtsanalytischen, wie des maßanalytischen Verfahrens — selbstverständlich dann ohne vorherige Behandlung der betreffenden Zuckerlösungen mit Säuren — zur quantitativen Bestimmung von Invertzucker.

Polarisationsmethode.

Polarisation nennt man ursprünglich die besondere, eigentümliche Veränderung, welche ein gewöhnlicher Lichtstrahl erleidet, der, wie Fig. 3 zeigt, in der Richtung *ab* im Winkel von 57° zum Einfallslot *xy* auftreffend, von einem ebenen, rückseitig geschwärzten Spiegel *A* reflektiert wird.

Durch die so erfolgende Reflexion wird der Lichtstrahl polarisiert, er erhält gewisse Eigenschaften, welche ein in anderer Weise reflektierter Lichtstrahl nicht besitzt.

Die Ebene, welche man in der Richtung des auffallenden und des reflektierten — polarisierten — Lichtstrahles gelegt denkt, nennt man die Reflexions- oder die Polarisationsebene jenes reflektierten Strahles.

In Fig. 3 ist der Lichtstrahl *ab* in der Richtung *bc* reflektiert und dadurch polarisiert; die durch *abc* gelegte Ebene ist seine Polarisationsebene.

Fängt man die polarisierten Strahlen in einem zweiten, behufs Abhaltung anderer Strahlen ebenfalls rückseitig geschwärzten Spiegel *B* auf, welcher — wie Fig. 3 zeigt — dem unteren Spiegel parallel steht, so werden jene Strahlen, den oberen Spiegel *B* auch wieder unter dem Einfallswinkel von 57° treffend, von *c* nach *d* vollständig reflektiert, sie lassen den Spiegel unter diesen Umständen erleuchtet erscheinen

---

[1]) Richtiger die aus dem zunächst erhaltenen Oxydul durch Reduktion mit Wasserstoffgas erzeugte Menge metallischen Kupfers.

und es fallen naturgemäß die beiden Reflexions- oder Polarisationsebenen *abc* und *bcd* zusammen.

Dreht man nun den oberen Spiegel derart, daß seine Neigung gegen die Horizontale unverändert bleibt, während die Richtung des polarisierten Strahles *bc* die Umdrehungsachse bildet, so zeigt sich die eigentümliche, nur bei Verwendung polarisierter Lichtstrahlen auftretende Erscheinung, daß bei jenem Drehen der obere Spiegel sich allmählich verdunkelt, die Reflexion der Strahlen also abnimmt, bis bei erreichter Viertelkreisdrehung, bei 90°, der Spiegel völlig dunkel erscheint und gar nicht mehr reflektiert. Gewöhnliche, in einem anderen Winkel auffallende, also nicht polarisierte Lichtstrahlen würden auch bei dieser Spiegelstellung reflektiert werden und den oberen Spiegel beleuchtet und hell erscheinen lassen.

Fig. 3.

Mit dem oberen Spiegel ist natürlich auch seine Polarisationsebene *dcb* um 90° gedreht worden und bildet nunmehr mit der des unteren Spiegels einen rechten Winkel.

Beim weiteren Drehen des oberen Spiegels wird derselbe wieder allmählich heller und reflektiert bei 180° der Kreisteilung, in welcher Stellung die Polarisationsebenen beider Spiegel zum zweiten Male zusammenfallen, die Strahlen wieder vollständig.

Dieselben Erscheinungen wiederholen sich auf der anderen Hälfte der Kreisteilung; beim Drehen nimmt die Helligkeit des Spiegels ab, bis er bei 270° völlig dunkel erscheint, um von da ab an Helligkeit wieder zuzunehmen, bis bei 360° die Anfangsstellung und damit abermals vollständige Reflexion wieder erreicht ist.

Bringt man in einem geeigneten Apparate zwischen die beiden Spiegel eine senkrecht auf die Kristallachse geschnittene Platte von durchsichtigem Quarz oder Bergkristall, so zeigt sich, vermittelst des die Platte durchdringenden, polarisierten Lichtstrahles, das Bild derselben im oberen Spiegel, wie derselbe auch gedreht wird, nie farblos, hell oder dunkel, sondern lebhaft gefärbt. Es wechseln die Farben dieses Bildes mit der Drehung des Spiegels, und zwar derartig, daß beim Drehen die Farbenfolge des Sonnenspektrums oder des Regenbogens beobachtet wird, daß also Rot, Gelb, Grün, Blau und Violett einander folgen und das Rot dabei die kleinste, der Übergang von Blau in Rot, das Violett, die größte Drehung erfordert.

Man nennt die beschriebene Erscheinung die Zirkular- oder Kreispolarisation. Sie wird in diesem Falle hervorgerufen durch die Eigenschaft des Quarzes, die Polarisationsebenen der gefärbten Strahlen, welche den gewöhnlichen weißen Lichtstrahl zusammensetzen, verschieden stark abzulenken oder zu drehen.

Man nennt solche Stoffe, welche die Eigenschaft besitzen, die Polarisationsebene eines durchgeleiteten polarisierten Lichtstrahles um einen gewissen Winkel gegen die ursprüngliche Lage zu drehen, optisch-aktive oder zirkular-polarisierende Körper, und die Eigenschaft selbst heißt das optische Drehungs- oder Rotationsvermögen.

Die Drehung des oberen Spiegels ist, wie schon bemerkt, gleichbedeutend mit der Drehung der Polarisationsebene der ihn treffenden Strahlen. Der an einer Kreisteilung abzulesende Winkel, um welchen der obere Spiegel von seiner ursprünglichen Stellung gedreht werden mußte, bis eine bestimmte Farbe des Bildes, z. B. Violett, sich einstellt, heißt der Drehungswinkel. Er ist das Maß für die Größe der stattgefundenen Ablenkung der Polarisationsebene.

Der Quarz besitzt diese merkwürdige Eigenschaft, die Polarisationsebene zu drehen, in sehr hohem Grade, und zwar findet man Quarzkristalle, bei denen der Spiegel des Polarisationsinstrumentes nach rechts gedreht werden muß, um die oben erwähnte Farbenfolge hervorzurufen, andere, bei denen man diese Erscheinung nur durch Linksdrehen erzielen kann. Man sagt dementsprechend, die Quarzplatte dreht die Polarisationsebene nach rechts oder links, sie „polarisiert“ — oder kurz, sie „dreht“ rechts oder links.

Der Betrag der Drehung, in Graden der Kreisteilung ausgedrückt, also der Drehungswinkel, wächst mit der Dicke der Quarzplatte.

Einer Rechtsdrehung gibt man das Zeichen +, einer Linksdrehung das Zeichen —.

Neben einer ganzen Reihe anderer, hier nicht weiter zu erwähnender Stoffe besitzen, jedoch in bedeutend schwächerem Grade als der Quarz, auch die Lösungen der Zuckerarten ein Drehungsvermögen der Polarisationsebene, und zwar drehen, wie bereits bei der Beschreibung der einzelnen Zuckerarten hervorgehoben wurde, die Lösungen des Rohrzuckers, der Glykose, der Maltose und der Raffinose die Polarisationsebene nach rechts, die der Lävulose und des Invertzuckers nach links.

Die Größe des Drehungsbetrages der aus diesen Stoffen hergestellten Lösungen ist, der spezifischen Drehung (S. 5) der Zuckerarten entsprechend, unter sich sehr verschieden, übereinstimmend bei allen ist sie in geringem Grade abhängig von der Temperatur, von der Art der Lichtstrahlen, welche durch die Flüssigkeiten hindurchgeleitet werden, und von der Natur des Lösungsmittels, wesentlich aber von der Länge der durchstrahlten Schicht (wie beim Quarz) und der Menge des in der Lösung enthaltenen Zuckers. Mit der Vergrößerung dieser beiden Verhältnisse wächst in ganz regelmäßiger Weise auch der Drehungsbetrag, so daß z. B. unter sonst gleichen Umständen eine Flüssigkeitsschicht von 100 mm Länge oder auch eine 10proz. Lösung nur halb so stark „dreht“ wie eine solche von 200 mm Länge oder von 20 Proz. Zuckergehalt.

Diese Eigenschaften sind es, welche die Zuckerbestimmung auf optischem Wege ermöglichen; wenn man dementsprechend bei Zuckeruntersuchungen stets gleiche Gewichtsmengen der zuckerhaltigen Stoffe zu einem stets gleich großen Volumen Flüssigkeit in einem Lösungsmittel derselben Art auflöst (oder verdünnt) und mittels besonderer Röhren immer gleich lange Flüssigkeitsschichten bei gleicher Temperatur, gleichartiger Lichtquelle und in gleichartigen Apparaten zur Beobachtung bringt, so muß ein etwaiger Unterschied in der Größe des Drehungsbetrages verschiedener Lösungen nur allein noch, da somit alle anderen Umstände gleich sind, durch eine Verschiedenheit der Lösungen im Gehalt an optisch-aktiver Substanz, also hier an reinem Zucker hervorgerufen worden sein.

Von den zu diesen Zwecken dienenden Polarisationsapparaten sind zurzeit nur zwei Konstruktionen von Bedeutung [1]):

1. der deutsche Halbschattenapparat mit Keilkompensation und
2. der französische Halbschattenapparat von Laurent.

Der erstgenannte wird, mit Ausnahme Frankreichs, auf dem europäischen Festlande fast ausschließlich benutzt, ebenso in England, in Nordamerika und in den zuckererzeugenden tropischen Ländern; der Apparat von Laurent ist in Frankreich und seinen Kolonien üblich.

Der ältere deutsche, früher sehr verbreitete, sogenannte Farbenapparat mit Keilkompensation von Soleil-Ventzke ist durch den Halbschattenapparat vollständig verdrängt. War er wegen der bei ihm auftretenden und zu beobachtenden Farbenerscheinungen bei Untersuchung stark gefärbter Flüssigkeiten und für Personen mit mangelhaftem Farbensinn schon immer von beschränktem Wert, so stand er schließlich an Empfindlichkeit und Schärfe der Einstellung gegen den neueren, vielfach verbesserten Halbschattenapparat, bei welchem Farbenerscheinungen ganz vermieden sind, weit zurück. Nachdem mit Rücksicht hierauf die dritte Versammlung der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen zu Paris laut Protokoll vom 24. Juli 1900 dann auch bestimmte, daß für die Rohzuckeranalysen „nur Halbschattenapparate bei der Polarisation zu verwenden sind" [2]), hat der Gebrauch des Farbenapparates aufgehört. Eine Beschreibung desselben kann somit an dieser Stelle unterbleiben.

Dasselbe gilt auch von dem Wildschen Polaristrobometer, welches, wenn auch als Polarisationsapparat für wissenschaftliche

[1]) Die eingehendste Belehrung über die physikalischen Grundlagen und Gesetze, auf denen die Polarisationsmethode und die Konstruktionen der dazu ersonnenen Apparate sich aufbauen, findet man in dem vortrefflichen Werke von Dr. H. Landolt „Das optische Drehungsvermögen organischer Substanzen und dessen praktische Anwendungen". 2. Aufl, Braunschweig, Friedr. Vieweg & Sohn.

[2]) Zeitschrift 1900, S. 861.

Zwecke sehr geschätzt, für den Gebrauch in der Technik gar keine Verwendung gefunden hat.

Bei allen diesen Instrumenten wird die Umwandlung der eingeführten Lichtstrahlen in den polarisierten Zustand nicht mittels der oben erwähnten ebenen Spiegel, sondern durch in bestimmter Weise geschliffene und zusammengesetzte Prismen aus kristallisiertem, kohlensaurem Kalk, sogenanntem Kalkspat, bewirkt. Ein Lichtstrahl vermag nämlich, wie durch Spiegelreflexion, so auch, aber viel vollkommener, durch Strahlenbrechung in gewissen Kristallen polarisiert zu werden, und namentlich besitzt der eben erwähnte Kalkspat, der in vorzüglich ausgebildeten, völlig farblosen und durchsichtigen Kristallen als „isländischer Doppelspat" sich findet, diese Eigenschaft in hervorragendem Grade.

Man nennt diese Kalkspatprismen nach ihrem Erfinder Nicolsche Prismen. Jeder Polarisationsapparat besitzt deren zwei; das eine, der Lichtquelle zugekehrte, welches dem unteren Spiegel der Fig. 3 auf S. 33 entspricht, ist fest gelagert und bewirkt durch die ihm gegebene Zurichtung, Form und Stellung eine Doppelbrechung des eintretenden Lichtbündels, dessen einer Teil seitwärts abgelenkt und für das Auge unwirksam gemacht wird, während der andere Teil parallel mit der Einfallsrichtung sich fortpflanzt, und nunmehr „polarisiert" aus dem Nicol austritt. Dies Prisma heißt deshalb das polarisierende Nicol oder der Polarisator. Das andere, dem Auge des Beobachters zugewandte, den oberen Spiegel der Fig. 3, S. 33 ersetzende Prisma ist bei gewissen Apparaten um seine Längsachse drehbar, es nimmt den polarisierten Lichstrahl auf und läßt ihn bei einer bestimmten Stellung, die man den „Nullpunkt" des Apparates nennt, — wenn nämlich die Hauptschnitte oder die Polarisationsebenen beider Prismen miteinander parallel stehen — ohne Schwächung oder Zerlegung hindurchgehen. Bei der geringsten Drehung des Prismas aber aus dieser Nullpunktstellung heraus wird, genau wie bei der oben betrachteten Spiegelvorrichtung, das Licht, dem Betrage der Drehung entsprechend, mehr oder weniger abgelenkt, geschwächt, oder auch schließlich bei einer bestimmten Stellung, nämlich nach einer Drehung um 90°, ganz ausgelöscht. Dieses zweite Prisma heißt das analysierende Nicol oder der Analysator. Wird nun zwischen beide Prismen ein optisch aktiver Stoff, z. B. eine Zuckerlösung, eingeschlossen in eine Röhre, welche vermöge ihrer Einrichtung den ungehinderten Durchgang der Lichtstrahlen in der Längsrichtung gestattet, zwischen die beiden Kalkspatprismen eingefügt, so bewirken die optischen Eigenschaften der gelösten Zuckerart beim Durchgange der polarisierten Lichtstrahlen eine der Länge der Flüssigkeitsschicht (oder der Röhre) und dem Gehalt der Lösung an Zucker genau entprechende Ablenkung der Lichtstrahlen, eine Drehung der Polarisationsebene um einen gewissen Winkel a, und es

wird dadurch eine bestimmte, dem Auge leicht wahrnehmbare Veränderung der im Apparat bis dahin beobachteten Lichterscheinung hervorgerufen.

Um diese Veränderung wieder aufzuheben und den ursprünglichen Zustand wieder herzustellen, ist es erforderlich, den Analysator seiner Längsachse nach um denselben Winkel a zu drehen, und vermittelst einer mechanischen Verbindung der den Analysator fest umschließenden Fassung mit einer Scheibe, welche eine Kreisteilung trägt, läßt sich dann unter Zuhilfenahme einer vor der Scheibe befindlichen Zeigervorrichtung die Größe des Winkels a leicht ersichtlich machen und in Kreisgraden ablesen. Damit ist aber auch zugleich das Maß für die Größe des Drehungsbetrages gegeben, welche der eingeschaltete optisch aktive Stoff, hier die Zuckerlösung, ausübte.

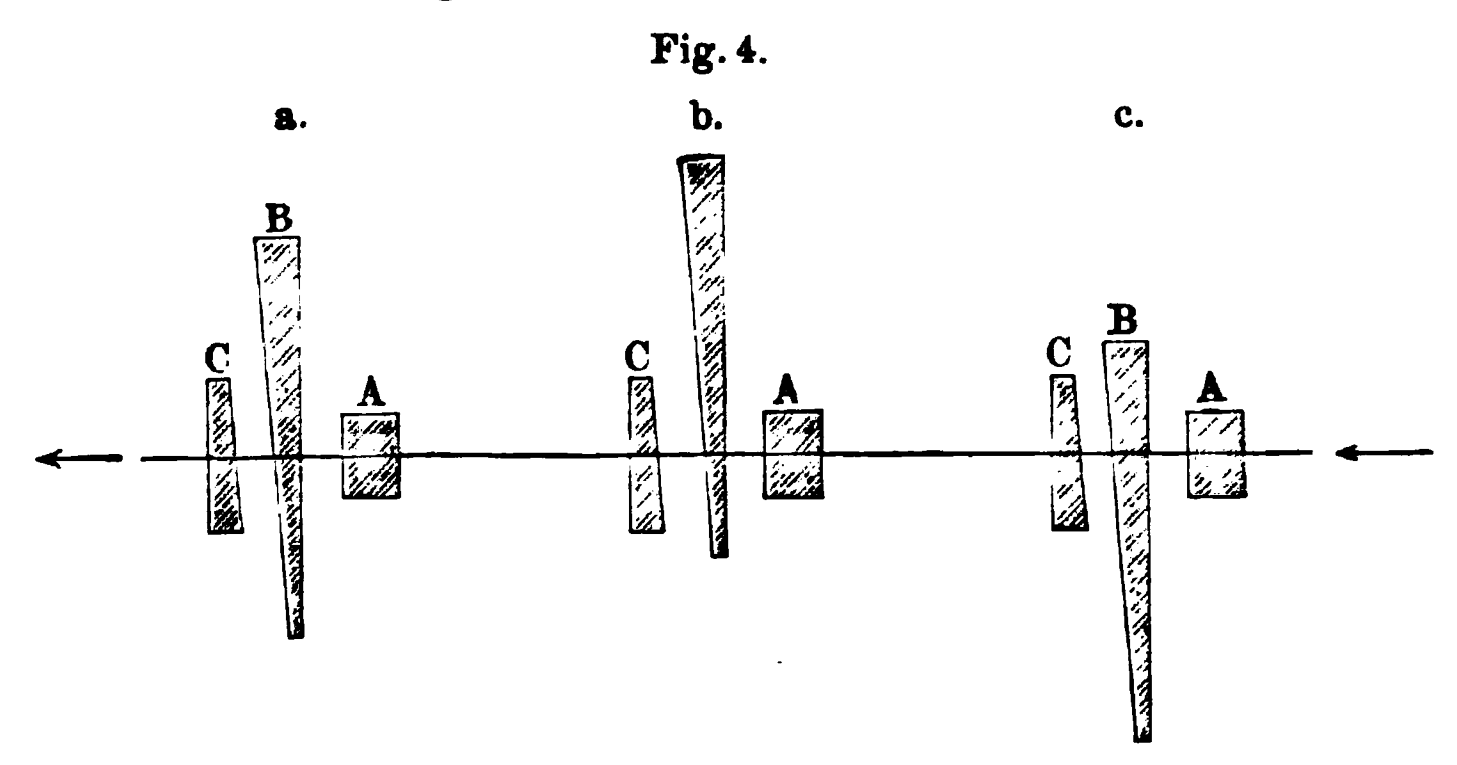
In der Konstruktion und Anordnung jener Nicolschen Prismen, in der Art und Weise, die Größe des Drehungswinkels, bzw. die Menge des diese Drehung bewirkenden Zuckers genau messen und feststellen zu können, und in der Beschaffenheit der für die Beobachtung erforderlichen Lichtquellen beruht im wesentlichen der Unterschied der beiden obengenannten, im nachstehenden näher beschriebenen Polarisationsapparate.

1. Der deutsche Halbschattenapparat mit Keilkompensation.

Während bei den rein wissenschaftlichen Zwecken dienenden Polarisationsapparaten und dem französischen Instrumente von Laurent die vorbeschriebene Einrichtung des drehbaren Analysators beibehalten worden ist, und die Ergebnisse, wenigstens bei den ersteren, auch in Kreisgraden ausgedrückt werden, hat man bei den deutschen Apparaten auch den Analysator festgelagert und mißt anstatt der Größe des Winkels, um welchen die Polarisationsebene durch eine Zuckerlösung gedreht wird, die Dicke einer Quarzplatte, deren optisches Drehungsvermögen mit dem der zu prüfenden Zuckerlösung von gleicher Größe ist. Die dazu erforderliche Vorrichtung besteht aus drei einzelnen, in bestimmter Weise geschliffenen und zusammengestellten Quarzplatten, welche senkrecht auf ihre Kristallachse geschnitten worden sind. Die Wirkung derselben beruht darauf, daß die Rotationsdispersion des Quarzes, d. h. seine physikalische Eigenschaft, das gewöhnliche weiße Licht in seine farbigen Bestandteile zu zerlegen, mit der des Rohrzuckers sehr annähernd übereinstimmt, daß mit der Dicke einer Quarzplatte, wie schon oben bemerkt, ihr Drehungs- oder Rotationsvermögen regelmäßig zunimmt, daß es Quarzkristalle gibt, welche die Polarisationsebene nach rechts, und solche, welche sie nach links drehen und endlich, daß beim Hindurchgehen eines polarisierten Lichtstrahles durch mehrere optisch aktive Schichten von einander entgegengesetzter Drehungsrichtung die

Wirkungen dieser Rotation je nach der Dicke der einzelnen Schichten sich ganz oder teilweise aufheben, ausgleichen oder „kompensieren". Diese Vorrichtung heißt deshalb der „Rotationskompensator". Seine Konstruktion veranschaulicht Fig. 4. Die von dem Polarisator kommenden Lichtstrahlen treffen zunächst eine Quarzplatte *A* von beliebig gewählter Dicke und Drehungsrichtung — einerlei, ob rechts- oder linksdrehend — und hinter derselben ein zusammengehöriges Plattenpaar, *B C*, von unter sich gleicher, aber der Platte *A* entgegengesetzter Drehung. Ist *A* rechtsdrehend, so muß *B C* linksdrehend sein und umgekehrt. Dieses Plattenpaar *B C* ist derart zusammengestellt, daß eine Verminderung oder Vergrößerung seiner Gesamtdicke ermöglicht werden kann, und zwar erreicht man dies durch die in der Fig. 4 angegebene keilförmige Gestalt der beiden Platten — daher die Bezeichnung „Keilkompensation" — und durch die mechanische Ver-

Fig. 4.



schiebbarkeit des Keiles *B* vor *C*, wobei die einander zugekehrten inneren, schrägen Flächen beider Keile stets einander parallel bleiben. Bei einer bestimmten Stellung, Fig. 4 a, ist die Gesamtdicke der beiden Quarzkeile *B C* genau gleich der Dicke von *A*, und in diesem Falle heben sich natürlich die beiderseitigen, sich entgegenstehenden Wirkungen bezüglich der Drehung der Polarisationsebene vollständig auf, *A B C* dreht bei dieser Stellung $= 0$. Bei Fig. b ist die Gesamtdicke von *B C* geringer als *A*, bei Fig. c größer. War *A* rechtsdrehend, so muß bei der Stellung b eine Rechtsdrehung, bei der Stellung c eine Linksdrehung auftreten.

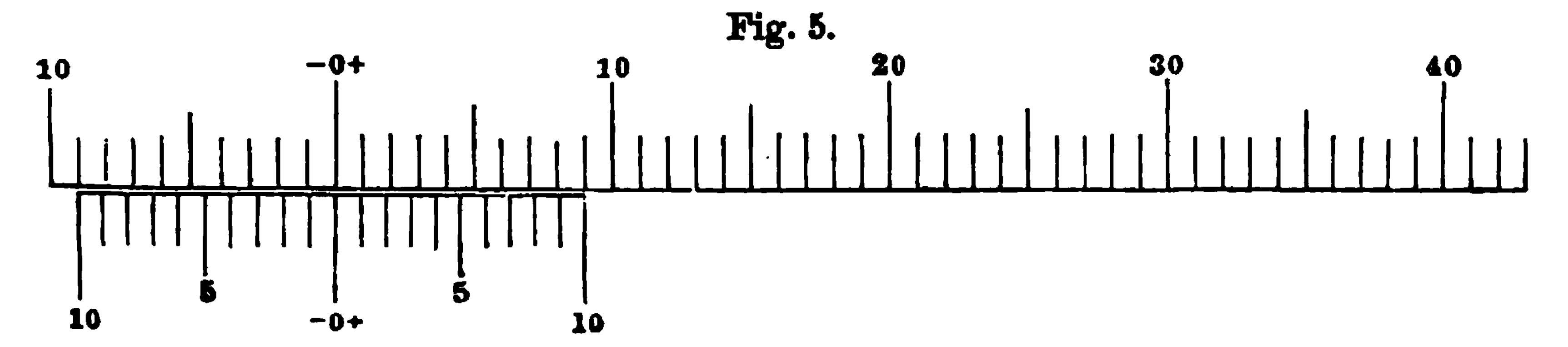
Schaltet man nun eine aktive Substanz, also hier eine Zuckerlösung, zwischen Polarisator und Kompensator ein, während der letztere wie Fig. a steht, also für sich keinerlei Drehung auszuüben vermag, so wird das Drehungsvermögen der Zuckerlösung die optische Gleichgewichtslage von *A B C* aufheben und sich infolge der Ablenkung des Lichtes so lange durch eine Veränderung im Gesichtsfelde des Apparates geltend machen, bis durch Verschiebung von *B* die Gesamtdicke der Quarzkeile *B C* um so viel verstärkt worden ist, daß ihr gemeinschaftliches

Rotationsvermögen dem der eingeschalteten Zuckerlösung gleichkommt. Dann ist die durch letztere hervorgerufene Ablenkung ausgeglichen und das Gesichtsfeld zeigt wieder das Bild, wie es der Apparat vor Einschaltung der Zuckerlösung darbot.

Der Betrag, um wieviel durch die Verschiebung von *B* vor *C* die Gesamtdicke der beiden Keile vermehrt wurde und welcher der Länge und dem Zuckergehalt der eingeschalteten Flüssigkeitsschicht somit genau entspricht, wird an einer mit den Quarzkeilen in direkter Verbindung stehenden Teilung abgelesen.

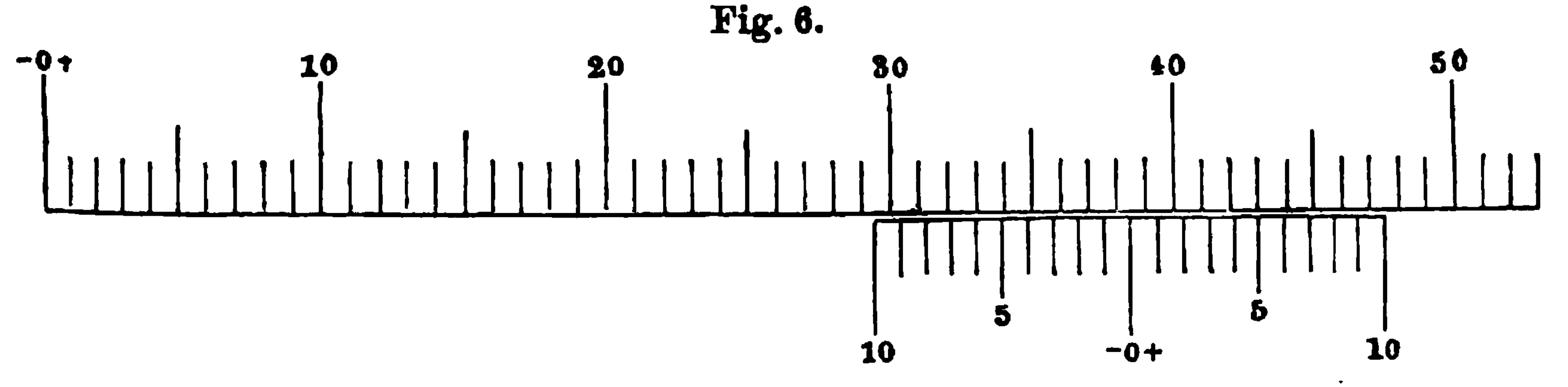
Zu diesem Zwecke befindet sich auf der Messingfassung des beweglichen Quarzkeiles *B* ein längeres, geradliniges, mit einer Teilung

Fig. 5.



oder Skala versehenes Metallplättchen fest aufgeschraubt, auf der Fassung oder dem Rahmen des feststehenden Keiles *A* und dicht an die Skala sich anlegend, ein kürzeres Plättchen, welches einen zu der Skala gehörigen, mit „0“ bezeichneten Index, und zwar einen sogen. Nonius, trägt, einen verjüngten Maßstab, dessen Einrichtung es ermöglicht, noch Zehntel derjenigen Teile, welche die Skala zeigt, direkt

Fig. 6.



abzulesen. Auf einem solchen Nonius ist der Raum von neun Teilen der Skala in zehn gleiche Teile geteilt, jeder Teil des Nonius daher um ein Zehntel kleiner als ein Teil der Skala. Man liest mittels desselben derartig ab, daß der mit „0“ bezeichnete Teilstrich des Nonius die ganzen Skalenteile, und derjenige Teilstrich des Nonius, welcher mit einem Teilstrich der Skala zusammenfällt oder eine gerade Linie bildet, die Zehntel eines Skalenteiles angibt. Die Fig. 5 zeigt diejenige Stellung der Skala und des darunter befindlichen Nonius, wie sie dem Nullpunkte des Apparates entspricht. Die mit „0“ bezeichneten Teilstriche der Skala wie des Nonius müssen genau zusammenfallen und eine einzige gerade Linie bilden.

Würde aber z. B. nach einer Verschiebung des beweglichen Keiles (und der damit fest verbundenen Skala) nach rechts der Nullpunkt des Nonius beim Ablesen, wie Fig. 6 zeigt, zwischen 38 und 39 der Skala

gefunden werden und der fünfte Teilstrich des Nonius (nach rechts gezählt) mit einem Teilstrich der Skala eine gerade Linie bilden, so würde in diesem Falle 38,5 als Betrag einer Rechtsdrehung („+") abzulesen sein. [Bei Linksdrehung („—") werden die links vom Nullpunkte befindlichen Teilstriche des Nonius gezählt.]

Man gibt für rechtsdrehende Stoffe der Skala eine Einteilung bis 100 und etwa 10 Teilstriche darüber, für Untersuchungen linksdrehender Körper ist die Einteilung über den Nullpunkt hinaus nach der entgegengesetzten Seite etwa bis zu 30 Teilstrichen fortgesetzt. Die wissenschaftliche Grundlage für die Art und Weise dieser Teilung findet weiter unten ihre Erklärung.

Den Halbschattenapparat in seiner einfachsten Form zeigt Fig. 7. Der Beobachter erblickt in dem beleuchteten Apparate ein

Fig. 7.



rundes, durch einen feinen, senkrechten Strich in zwei gleiche Hälften geteiltes Gesichtsfeld, welches keine Farbenunterschiede zeigt, sondern bei gewissen Stellungen des analysierenden Nicols die eine Hälfte dunkel (beschattet), die andere hell (beleuchtet) erscheinen läßt. Steht der Apparat auf 0, bzw. auf dem Einstellungspunkte, so bilden, unter gleichzeitigem, fast gänzlichem Unsichtbarwerden des Trennungsstriches, beide Hälften eine hellgraugelbliche, ganz gleichmäßig schwach beschattete kreisrunde Fläche.

Man stellt also bei diesen Apparaten auf „gleichmäßige Beschattung" oder, was dasselbe bedeutet, auf „gleichmäßige Helligkeit" ein.

Der Lichtquelle zunächst ist eine gewöhnliche konvexe Beleuchtungslinse *L* angebracht, dann folgt das lange, dem Apparate eigentümliche

Halbschattenprisma P, ein aus zwei Kalkspatprismen zusammengesetztes sogenanntes Zwillingsnicol[1]). Dasselbe dient als Polarisator und bringt gleichzeitig vermöge seiner eigentümlichen Konstruktion, auf welche hier nicht näher eingegangen werden kann, die gleichmäßige Beschattung des Gesichtsfeldes hervor.

Eine an dem Prisma befindliche, senkrecht stehende Fuge, welche durch das Zusammentreten zweier Schnittflächen innerhalb des Prismas entsteht, erscheint als der oben erwähnte feine, das Gesichtsfeld teilende Strich.

Bei R, sichtbar durch den aufgeschlagenen Deckel der Rohrhülse, befindet sich das Beobachtungsrohr, welches durch Schluß des Deckels jeder äußeren Belichtung entzogen werden kann.

Den Austritt der Lichtstrahlen aus P und ihren Eintritt in den vordern Teil des Apparates bei D vermitteln und begrenzen zwei sogenannte Diaphragmen, zwei aus geschwärztem Messing bestehende Blenden mit Kreisausschnitt, deren Umfang die Größe und die Helligkeit des Gesichtsfeldes bedingen. Unmittelbar hinter dem Analysatordiaphragma D ist der Rotationskompensator C angebracht, von dessen gleichdrehenden Quarzkeilen der eine a, und mit ihm der auf seiner Messingfassung befindliche Nonius feststeht, der andere b und mit ihm die Skala verschiebbar ist, während c die den Quarzkeilen entgegengesetzt drehende Quarzplatte vorstellt. Die Verschiebung selbst geschieht vermittelst eines gezahnten Triebes, welcher in eine an dem Rahmen des beweglichen Keiles befindliche Zahnung eingreift und durch die Griffscheibe M bewegt wird.

Es folgt dann das analysierende Nicol A, dessen Lage unverrückbar ist und schließlich das Fernrohr J mit einer etwa vier- bis sechsfachen Vergrößerung zur Beobachtung des Gesichtsfeldes.

K stellt ein kleines, hinten mit einem schrägstehenden Spiegel s versehenes Vergrößerungsglas zum Beobachten der Skala vor, die durch den drehbaren Spiegel B, welcher Licht von der Beobachtungslampe erhält, erleuchtet wird.

Durch ein gelindes, drehendes Hineinschieben oder Herausziehen der beweglichen Hülsen der beiden Teile J und K gelingt es leicht, den Apparat der Sehweite jedes Beobachters anzupassen. Man verschiebt sie so lange, bis einerseits (oben) die Einteilung der Skala und des Nonius, andererseits (unten) der das Gesichtsfeld teilende senkrechte Strich (die Stoßfuge in dem polarisierenden Nicol) dem Auge vollständig klar und scharf erscheinen.

Stellt man den Nullpunkt des Nonius genau auf den Nullpunkt der Skala, „auf 0“, so müssen beim Hineinsehen in den beleuchteten

[1]) Konstruiert nach dem Vorgange von Jellet und Cornu, deren Apparate aber, für gewöhnliches Lampenlicht nicht benutzbar, beide das einfarbige (gelbe) Natriumlicht erfordern. Siehe auch Landolt, 2. Aufl., S. 109.

Apparat beide Scheibenhälften vollkommen gleich beschattet oder gleich hell erscheinen. Ist eine solche vollkommene Übereinstimmung nicht vorhanden, so muß der Nullpunkt berichtigt werden.

Zu dem Ende stellt man ohne Berücksichtigung der Skala gleiche Helligkeit des ganzen Gesichtsfeldes ein, setzt den dem Apparate beigegebenen kleinen Schraubenschlüssel auf einen an der den Nonius tragenden Messingfassung befindlichen, vierkantigen Stift (auf der Abbildung nicht sichtbar) und verschiebt den Nonius durch sehr vorsichtiges und ganz geringes Drehen, bei gleichzeitiger Beobachtung der Skala, um so viel, daß nunmehr der Nullpunkt beider Einteilungen genau zusammenfällt oder „einsteht"[1]).

Anstatt des Nullpunktes kann man auch den Drehungsbetrag berichtigen. Hätte man z. B. gefunden, daß der Apparat bei völliger Gleichartigkeit des Gesichtsfeldes nicht 0, sondern + 0,2 anzeigt, so würden demgemäß alle späteren Ablesungen um 0,2 zu hoch ausfallen. Man müßte deshalb in solchem Falle bei den folgenden Zuckeruntersuchungen den gefundenen Drehungsbetrag um 0,2 vermindern; hätte man dagegen eine Abweichung beim Nullpunkte nach links, also vielleicht — 0,2 anstatt 0 festgestellt, so würden die später ermittelten Drehungsbeträge um zwei Zehntel zu niedrig ausfallen und dementsprechend um ebensoviel vergrößert werden müssen.

Auf richtiges Einstehen zu völliger Gleichartigkeit des Gesichtsfeldes bei „0" ist der Apparat unausgesetzt unter Kontrolle zu halten und ebenso auf ungeänderte Lage des „100-Punktes" der Skala, oder doch der ihm möglichst nahe liegenden Teile derselben. Für ersteren Zweck beobachtet man bei geschlossenem Apparate und üblicher Beleuchtung ohne eingelegte Beobachtungsröhre, aber mit geschlossener Rohrhülse, zu letzterem Zwecke benutzt man Quarzplatten[2]) mit hohem Drehungsvermögen, welche mittels geeigneter Fassung in die Rohrhülse eingelegt werden können.

Das Drehungsvermögen einer solchen „Normalquarzplatte" — man wählt sie mit einer Polarisation von 95 bis 100 — wird auf das genaueste festgestellt und der Betrag auf der Messingfassung selbst vermerkt. Die Lage der Platte im Apparate soll immer die gleiche sein; eine augenfällig auf der Fassung angebrachte Marke ist zu diesem Zwecke stets nach vorn und oben zu legen; um jede Pressung der Platte in der Messingfassung, wodurch ihre optischen Eigenschaften leicht beeinflußt werden können, zu vermeiden, wird die Platte nicht festgekittet, sondern nur in geeigneter Weise in der Fassung unbeweglich gelagert. Unter diesen Umständen gewährt sie bei ihrer

---

[1]) Eine derartige Korrektur des Apparates sollte im Laboratorium so selten und so vorsichtig wie möglich gemacht werden.

[2]) Laut Protokoll der dritten Versammlung der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen. Paris, 24. Juni 1900, S. 357.

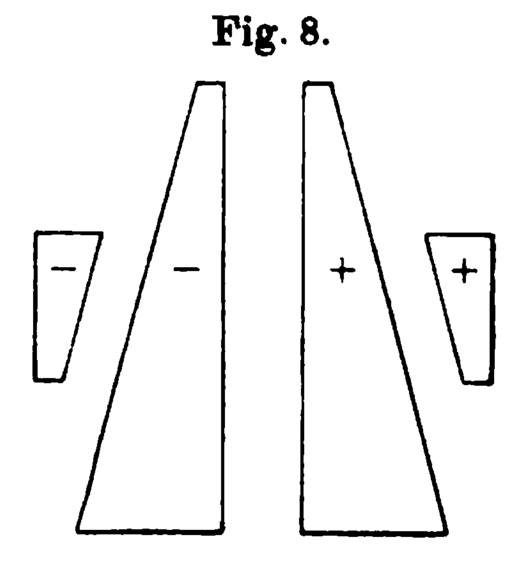
Unveränderlichkeit eine ebenso leicht und schnell ausführbare, wie stets sichere Kontrolle.

Ist beispielsweise das Drehungsvermögen einer solchen Quarzplatte gleich + 97,3, so ist bei Kontrollierung des Apparates stets darauf zu halten, daß derselbe, bei richtig einstehendem Nullpunkt, auch + 97,3 ablesen läßt, wenn die Quarzplatte in die Rohrhülse eingelegt worden ist.

Um zu erkennen, ob eine zu untersuchende aktive Substanz rechts- oder linksdrehend ist, hat man bei dem betreffenden Apparat ein für allemal zu ermitteln, welche Lage die beschattete Hälfte des Gesichtsfeldes einnimmt, wenn ein Körper von bekannter Drehungsrichtung, z. B. eine Rohrzuckerlösung oder eine rechtsdrehende Quarz-Kontrollplatte, in den Apparat eingeschaltet wird. Zeigt die fragliche aktive Substanz die gleiche Anordnung der Beschattung, so ist sie ebenfalls rechtsdrehend, findet sich die Lage der Beschattung dagegen vertauscht, so ist sie linksdrehend.

Die doppelte Keilkompensation. Kann man sich nun zwar auf die eben erläuterte Weise über die Richtigkeit der Quarzkeile und der Skala bezüglich der Lage des Null- und des 100-Punktes vergewissern, so ist es doch nicht ausgeschlossen, daß in dem dazwischen liegenden Teile der Skala oder der Keile sich gewisse kleine Fehler vorfinden. Um auch hier, also über die ganze Ausdehnung der Skala, eine Kontrolle ausüben zu können, haben die Mechaniker Schmidt und Haensch dem Apparate eine äußerst sinnreiche Einrichtung, nämlich eine zweite Keilkompensation, hinzugefügt. Es wird nämlich bei den damit versehenen Instrumenten, welche man nun Apparate mit doppelter Keilkompensation nennt, an die Stelle der einfachen Quarzplatte *c* des Rotationskompensators *C* (Fig. 7, S. 40) ein zweites Paar von Quarzkeilen (Fig. 8) eingebaut, und zwar von genau gleichen Verhältnissen, aber entgegengesetztem Drehungsvermögen wie das erste Paar. Auch von diesem zweiten Keilpaare ist der eine Keil kurz gehalten und unveränderlich festgestellt, der andere länger und beweglich, längs jenem verschiebbar. Jedes Keilpaar trägt für sich Skala und Nonius in der eben beschriebenen Weise, und zwei Griffscheiben mit Zahnantrieb vermitteln, unabhängig voneinander, die Verschiebung der beiden beweglichen Keile.

Fig. 8.



Während die einfache Keilkompensation nur gestattet, bei einer einzigen bestimmten Lage des beweglichen Keils die Drehung = 0, also gleichmäßige Beschattung des Gesichtsfeldes im Apparat, zu finden, kann man durch angemessene Verschiebungen bei der doppelten Keilkompensation für jede Lage des einen beweglichen Keils immer eine

bestimmte entsprechende Lage des anderen beweglichen Keils finden, bei welcher die Rechtsdrehung des einen Keilpaares durch die Linksdrehung des anderen aufgehoben oder kompensiert, also die Gesamtdrehung = 0 wird.

Die Fig. 9 zeigt die Anordnung dieser doppelten Keilkompensation; *J* sind die optischen Teile des verschiebbaren Fernrohres, *A* ist das analysierende Nicol, *D* das erste Keilpaar und *E* das an die Stelle der einfachen Quarzplatte *c* (Fig. 7, S. 40) eingeführte zweite Keilpaar; *MM'* bezeichnen den Bewegungsmechanismus, die Antriebs-

Fig. 9.

X J

X

scheiben für je eine Skala. *K* ist das Fernrohr für die Beobachtung der Skalen, die Spiegel *L* und *S* und die Blende *B* vermitteln die Skalenbeleuchtung von der Beobachtungslampe her, *X* ist das Auge des Beobachters. Die übrigen optischen Teile des Apparates sind ungeändert geblieben.

Durch das Fernrohr betrachtet, erscheinen beide Skalen übereinander stehend, die obere ist die „Arbeitsskala“, die untere die für gewöhnlich unbenutzte „Kontrollskala“; um Verwechselungen zu vermeiden, sind die beiderseitigen Antriebsscheiben von verschiedener Länge und äußerer Ausstattung, und die Arbeitsskala trägt gewöhnlich, durch das Fernrohr sichtbar, über dem Nullpunkte ein „A“, die Kontrollskala ebendort ein „K“.

Natürlich wird gleichartige Beschattung beider Hälften des Gesichtsfeldes im Apparat eintreten, sobald die Gesamtdicke des einen

Keilpaares der des anderen genau gleich ist, und es müssen, falls dieselben auf allen Punkten richtig hergestellt sind, bei gleich großen Verschiebungen die beiderseitigen Skalenangaben überall gleichwertig sein.

Man prüft die Richtigkeit des Instrumentes, indem man mittels Verschiebung des Arbeitskeiles den Nullpunkt seines Nonius auf 10, 20, 30, 40 usw. der Skala einstellt und dann beobachtet, ob beim Verschieben des Kontrollkeiles Gleichartigkeit des Gesichtsfeldes an genau den nämlichen Teilstrichen der zweiten Skala eintritt.

Stehen beide Skalen auf 0 und ist nach Einschaltung einer Zuckerlösung eine Verschiebung des Arbeitskeiles auf + 90 erforderlich, um wieder ein gleichartiges Gesichtsfeld zu erhalten, so muß, falls der Apparat und die Ablesung richtig, nach Entfernung der Zuckerlösung, dieselbe Gleichmäßigkeit im Gesichtsfelde wieder eintreten, wenn nach Verschiebung des Kontrollkeiles der Nonius seiner Skala ebenfalls + 90 zeigt.

Es können auf diese Weise die beiden Skalen in ihrer ganzen Länge von Zehntel zu Zehntel auf ihre Richtigkeit kontrolliert werden.

Die doppelte Keilkompensation ermöglicht auch eine Beobachtung von Linksdrehungen bis zu 100. Man hat in solchen Fällen nur nötig, die Arbeitsskala auf 0 einzustellen und dann mit der Kontrollskala zu arbeiten.

Bei dem praktischen Gebrauche des Halbschattenapparates hat sich als ein gewisser, indessen durch Übung und längeres Einarbeiten wohl zu überwindender Übelstand herausgestellt, daß beim Einlegen farbloser oder sehr schwach gefärbter Zuckerlösungen die Gleichmäßigkeit der Beschattung des Gesichtsfeldes etwas gestört und eine verschiedenartige, wenn auch sehr schwache Färbung der beiden Hälften desselben hervorgerufen wird; die eine Halbscheibe erscheint schwach gelblich, die andere schwach bläulich gefärbt.

Die Erscheinung erklärt sich aus einer geringen Verschiedenheit zwischen den optischen Eigenschaften von Zucker und Quarz (hier des Kompensators), sie kann vermieden werden, wenn man der Lichtquelle zunächst ein sogenanntes Strahlenfilter einschaltet, am einfachsten in Form eines kurzen, beiderseitig mit Deckgläschen und Schraubenkopf versehenen Beobachtungsrohres, welches mit einer wässerigen Lösung von Kaliumbichromat gefüllt und in geeigneter Weise in den Apparat eingeschoben wird. Die neueren Instrumente enthalten diese Vorrichtung immer. Die dadurch erzielte Färbung des Gesichtsfeldes hebt den angedeuteten Übelstand auf, da das Chromsäuresalz die grün, blau und violett gefärbten Strahlen absorbiert und nur gelbes Licht hindurchläßt.

Nach Schönrock ist eine Lösung von 6 Proz. des Chromsäuresalzes in einer 1,5 cm dicken Schicht in Anwendung zu bringen [1]).

---

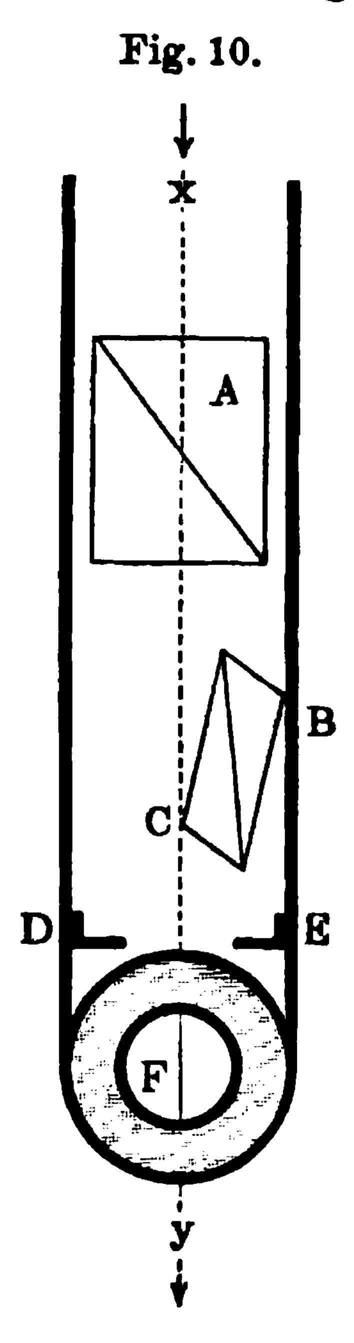
[1]) Zeitschrift 1904, S. 557.

Die in Fig. 7, S. 40 abgebildete ältere Konstruktion des Apparates hat im Laufe der Zeit mehrfache Änderungen und Verbesserungen erfahren, welche unter Beibehaltung der allgemeinen Grundbedingungen sich sowohl auf die innere, optische Einrichtung, wie auf die Mechanik, den äußeren Aufbau, die Beleuchtung, die Sicherung der empfindlichen Teile gegen schädigende Einflüsse und sonstige Einzelheiten erstrecken.

So wird an Stelle des Polarisators *P* vielfach ein anderer, von Lippich nach nebenstehender Zeichnung (Fig. 10) konstruierter Halbschattenpolarisator in Anwendung gebracht.

Vor dem größeren polarisierenden Nicol *A* befindet sich, dem Beobachter zugekehrt, ein zweites kleineres Nicolsches Prisma *B*, das die Hälfte des größeren dem Auge verdeckt und als Halbprisma bezeichnet wird. Die Kante *C* desselben wird genau senkrecht auf die Längsachse *xy* des Apparates justiert und teilt dann, als ein feiner Strich *F* (welcher bei guter Anfertigung des Prismas gegen Ende der Einstellung dem Auge des Beobachters fast ganz verschwinden soll), das durch die kreisrunde Blende *DE* gebildete Gesichtsfeld in zwei gleiche Hälften[1]).

Fig. 10.



Neben den Apparaten mit solchem zweiteiligen Gesichtsfelde werden unter Verwendung des Lippichschen Polarisators auch Apparate mit dreiteiligem Gesichtsfelde gebaut. Sie erhalten an Stelle des bei jenen Instrumenten vorhandenen, aus zwei Einzelprismen zusammengesetzten Halbschattenpolarisators einen solchen aus drei Einzelprismen 1, 2 und 3 bestehenden, bei welchem, wie aus Fig. 11 ersichtlich, 2 und 3 gleichmäßig vor 1 angeordnet sind.

Das durch die runde Blende *BB* begrenzte Gesichtsfeld *gg* des Apparates zeigt demgemäß eine durch zwei feine, senkrechte, den gleichbezeichneten Flächen der Prismen 2 und 3 entsprechende Linien *ab*, *ab* hervorgerufene Dreiteilung.

Steht der Apparat auf dem Nullpunkte, so besitzen alle drei Teile des Gesichtsfeldes gleichmäßige Helligkeit (*gg*, I), bei der geringsten Verschiebung der Skala nach rechts erscheinen das Mittelfeld (von dem Prisma 1 gebildet) beschattet, beide Seitenfelder (von den Prismen 2 und 3 gebildet) gleichmäßig hell (*gg*, II); bei Verschiebung nach links das Mittelfeld hell und die Seitenfelder gleichmäßig beschattet (*gg*, III). Die Einrichtung ermöglicht eine sehr scharfe und dem Auge angenehme Einstellung.

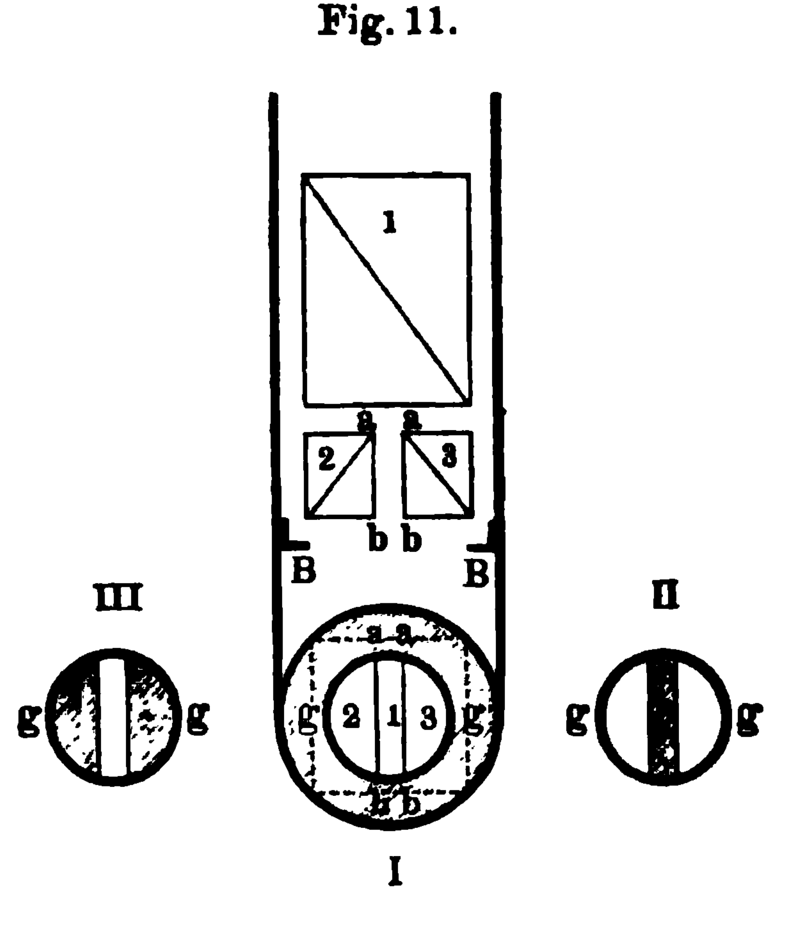
---

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Auflage, S. 314 u. f. Nach ihm ist es die vollkommenste Halbschattenvorrichtung.

Von Frič in Prag werden Skala und Nonius aus Glasplatten hergestellt, auf denen die Einteilung und die Zahlen eingeätzt sind. Der Rahmen des langen beweglichen Keils ist nach oben verlängert und trägt eine planparallele, senkrecht zur Längenachse des Apparates stehende Glasplatte mit der Skala. Dicht an diese Platte legt sich eine zweite, von der Fassung des beweglichen Keils getragene, auf welcher der Nonius eingeätzt ist. Die Vorrichtung ist durchsichtig, geschickt beleuchtet und zeigt die Teilung sehr deutlich [1]).

Eine andere sinnreiche Änderung der Skalenanbringung hat Bruhns angegeben, indem er die Skala auf dem längeren beweglichen Quarzkeil selbst, den Nonius auf dem kurzen, feststehenden Keil aufätzt oder einritzt. Eine etwaige Veränderlichkeit der Skalenteile den Keilen gegenüber ist damit ausgeschlossen. Bei der Beobachtung des Gesichtsfeldes sind die den durchsichtigen Quarzkeilen aufgeätzten Teilstriche für das Auge nicht sichtbar; für die Skalenablesung aber wird ein besonderes Vergrößerungsglas eingeschaltet, welches auf die Ebene der Skala eingestellt ist. Eine besondere Skalenbeleuchtung ist natürlich bei dieser Einrichtung nicht erforderlich [2]). Eine größere Verbreitung haben vorläufig weder die Vorrichtungen von Frič, noch die von Bruhns gefunden.

Fig. 11.



Dagegen findet sich an allen neueren Apparaten die sehr zweckmäßige Einschließung des Analysators und der dazugehörigen Teile in ein besonderes, ringsum geschlossenes Schutzgehäuse, welches Staub, Feuchtigkeit, schädliche Dämpfe — namentlich auch unberufene Hände — von den Quarzkeilen, Skalen, Regulierungsschrauben u. dgl. fernhält. Die Antriebsgriffe treten aus dem Gehäuse, welches entweder rund oder viereckig ausgebildet wird, unten in Führungen heraus, die Beleuchtung der Skala vermittelt ein kleines, auf dem Gehäuse befindliches, der Beobachtungslampe zugewandtes Glasfenster.

Einen derartig ausgestatteten Halbschattenapparat mit Doppelkeilkompensation, zugleich mit neuem Unterbau, zeigt Fig. 12 (a. f. S.).

---

[1]) Österr.-ungar. Zeitschr. f. Zuckerindustrie 1899, II.

[2]) Zeitschrift 1899, S. 895. Nach Bruhns sind bei seinen Apparaten, nachdem für jeden einzelnen durch vergleichende Bestimmungen mit wissenschaftlich genauen Instrumenten eine „Korrekturtabelle" bzw. etwaiger Skalenfehler aufgestellt worden ist, bei Benutzung derselben alle übrigen Kontrollmaßregeln, wie Normalquarzplatten oder doppelte Keilpaare, überflüssig.

Das bei den älteren Apparaten ausschließlich benutzte Säulenstativ mit Dreifuß ist hier durch ein standfestes Bockstativ ersetzt, welches die axiale Lagerung der einzelnen Apparatenteile sichert und vermöge seiner Schwere ein Umstoßen des Instrumentes fast unmöglich macht. Die Einstellungsgriffe sind mittels Universalgelenkübersetzungen so tief auf den Tisch geführt, daß beim Gebrauch die Hand kaum gehoben zu werden braucht. Der Griff *K* für den Kontrollkeil ist erheblich kürzer gehalten als derjenige des Arbeitskeils *A*, so daß eine Verwechselung ausgeschlossen ist. Außerdem kann jeder Griff für sich

Fig. 12.

durch eine kleine seitliche Schraube in seiner Stellung festgehalten werden. Der Apparat trägt bei *C* keinen Klappdeckel, sondern eine um das Beobachtungsrohr drehbare Verschlußhülse. Bei *S* befindet sich das oben erwähnte, mit Kaliumchromatlösung gefüllte Strahlenfilter; das von der Beleuchtungslampe kommende Licht wird durch das Glasfenster *B* auf den schrägen Spiegel *L* und von diesem auf die von einem Schutzgehäuse eingeschlossenen Skalen geworfen. *M* ist das stark vergrößernde Ablesefernrohr, die schwarze Pappscheibe *P* endlich schützt das Auge des Beobachters vor den Strahlen der Lichtquelle.

Der Apparat mit beschränkter Skala. Der im vorstehenden beschriebene Polarisationsapparat in der einen oder anderen Form und Ausstattung dient zur Untersuchung zuckerhaltiger Stoffe mit jedem beliebigen Prozentgehalt, und die Einteilung seiner Skala erstreckt sich dementsprechend, wie schon erwähnt, für rechtsdrehende Stoffe

von 0 bis 100 und etwas darüber, während für Linksdrehung die Teilung in gleicher Weise vom Nullpunkte ab nach links bis etwa 30 oder 40 fortgesetzt worden ist.

Für gewisse Zwecke, nämlich da, wo es sich lediglich um Untersuchung von Stoffen handelt, deren Zuckergehalt sich stets innerhalb ganz bestimmter, enger Grenzen hält, ist die oben gedachte Ausdehnung der Skala und die dazu erforderliche Länge der immerhin schwierig herzustellenden und daher teuern Quarzkeile überflüssig, so daß beide eine angemessene Kürzung erfahren können.

Auf Vorschlag von Stammer werden derartige „Apparate mit beschränkter Skala" einerseits für Untersuchung niedrig polarisierender Stoffe, im besondern für Rübenuntersuchung, andererseits für Untersuchung hoch polarisierender Zucker gebaut.

Fig. 13.

Die Skala des erstgenannten Apparates besitzt demgemäß eine Teilung nur von 0 bis etwa 30, die des letzteren nur von 80 bis 100.

Die Polarisation roher Rübensäfte ist eine Arbeit, welche sich in Zuckerfabriken und Rübensamenzuchtanstalten zu gewissen Zeiten außerordentlich häuft und damit den Beobachter in jeder Beziehung stark beansprucht.

Man hat deshalb bei diesen „Rübenapparaten", einerseits um die Arbeit tunlichst zu beschleunigen, andererseits zur Schonung der Augen, welche durch die ständige Benutzung des Fernrohrs bei Beobachtung der feinen Teilung der Skala und des Nonius leicht ermüden und unsicher werden, eine andere Ablesungsvorrichtung angebracht, die groß genug ist, um nach stattgehabter Einstellung der Drehung auch noch Zehntelprozente ohne Zuhilfenahme von Fernrohr und Nonius schnell und sicher mit bloßem Auge auf der Skala feststellen zu können.

Einen solchen Apparat — es gibt ihn in den verschiedensten Konstruktionen, was Bewegungsmechanismus und Skaleneinrichtung betrifft — zeigt Fig. 13.

Die Ablesevorrichtung besteht hier aus einer größeren Messingscheibe *A*, welche hinter dem Rotationskompensator angeordnet, dem Rande zunächst eine sehr weitläufig gehaltene Teilung trägt und vor einem feststehenden Zeiger *B* drehbar ist. Die Verschiebung des beweglichen Quarzkeils im Kompensator wird seitlich durch die Griffscheibe *C* bewirkt, auf deren verlängerter, durch einen massiven Winkel gestützter und geführter Achse eine Schraube ohne Ende sich befindet, die beim Drehen von *C* die Metallfassung des Quarzkeils schlittenartig hin und her schiebt. Zur vollständigen Sicherung dieser Bewegung trägt die Fassung auf der anderen Seite noch eine lange, in einer Hülse sich bewegende Führung *D*.

Die Scheibe *A* besitzt in der Mitte auf der dem Beobachter zugekehrten Seite eine runde Verstärkung, mit am Rande eingeschnittener feiner Zahnung, in welche ein Zahnantrieb eingreift, der, ebenfalls wie die erwähnte Schraube ohne Ende, auf der Achse der Griffscheibe *C* sitzt. Jede Bewegung von *C*, rückwärts oder vorwärts, bewirkt somit gleichzeitig die Verschiebung des Quarzkeils und die Drehung der Kreisscheibe. Steht der Zeiger *B* auf dem Nullpunkt der Teilung, dann muß gleichmäßige Beschattung des Gesichtsfeldes vorhanden sein, ist das nicht der Fall, so kann der Zeiger vermittelst einer Stellschraube etwas nach links oder rechts verschoben werden, um jenes Verhältnis herzustellen. Die Scheibe hat einen Anschlag, der ihre Bewegung innerhalb der auf der Teilung verzeichneten Zahlen nach unten wie nach oben hin begrenzt, die Teilung selbst läßt ganze Zehntel ablesen und halbe Zehntel noch mit voller Sicherheit schätzen, da die Entfernung eines Teilstriches vom anderen 2 mm beträgt.

Die optische Einrichtung des Apparates im übrigen ist, dem oben beschriebenen Halbschattenapparat gegenüber, unverändert, der ganze Bewegungsmechanismus und der Keilkompensator sind auch hier in ein (auf der Fig. 13 fortgelassenes) Schutzgehäuse eingeschlossen, aus welchem nur die Griffscheibe *C* und die Führung *D* herausragen.

Dieser „Rübenapparat" wird für Beobachtungsröhren von 200, 400 und 600 mm Länge gebaut, die Ablesungen beim Gebrauch desselben sind dementsprechend zu berücksichtigen.

Der Apparat für hoch polarisierende Zucker ist nur für Röhren von 400 mm Länge eingerichtet; da aber die einzelnen Skalenteile bei ihm doppelt so groß gemacht werden wie bei den Apparaten zu 200 mm Rohrlänge, so zeigt auch dieser Apparat bei Anwendung der Normallösung (26,0 g Zucker zu 100 ccm Flüssigkeit gelöst) ohne weiteres Prozente Zucker an [1]).

---

[1]) Die „Beschlüsse der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österr.-ungarischen öffentlichen Chemiker, festgestellt in der Versammlung zu Prag am 15. Juni 1908" bezeichnen die Anwendung von „400-mm-Halbschattenapparaten mit beschränkter Skala" für „wünschenswert". (Österr.-ungar. Zeitschrift f. Zuckerindustrie u. Landwirtschaft 1908, S. 575.)

Die Einteilung der Skala und das Normalgewicht. Bei der Konstruktion der im Jahre 1848 durch Soleil und Dubosq in Paris zuerst gebauten Polarisationsapparate mit Keilkompensation für Zuckeruntersuchungen nahm man auf Grund der derzeitigen Ermittelungen als feststehend an, daß die Vermehrung der Gesamtdicke der beiden zusammengehörigen Quarzkeile um ein Millimeter die drehende Wirkung einer wässerigen Zuckerlösung aufhebe, welche bei 200 mm Länge 16,350 g reinen und trockenen Rohrzucker, zu 100,0 ccm Flüssigkeit von 17,5° C aufgelöst, enthält.

Dieser Annahme entsprach die Teilung der Skala. Der Raum zwischen dem mit 0 bezeichneten Punkte derselben und demjenigen, bei welchem nach Einschaltung jener Zuckerlösung in 200 mm langer Schicht und nach stattgehabter Verschiebung der Quarzkeile das Gesichtsfeld wieder den Zustand zeigte, den es vor Einschaltung der Zuckerlösung besessen, wurde in 100 gleiche Teile geteilt. Jeder Teilstrich dieser französischen Skala entsprach also einem Gehalt von 0,1635 g chemisch reinem Zucker in 100 ccm Flüssigkeit oder einem Prozent der abgewogenen Menge.

Jene Lösung nannte man demnach die Normallösung und den Betrag von 16,350 g das Normalgewicht für den mit dieser Skala versehenen Apparat.

Ventzke, in dem Bestreben, den Gebrauch der damals in den Zuckerfabriken kaum gekannten chemischen Wage zu umgehen, änderte die Sachlage derart, daß er als Normallösung eine wässerige Auflösung von reinem Zucker nahm, welche bei 17,5° C mit einem Aräometer gespindelt, ein spezifisches Gewicht von 1,1000 besaß, und setzte den Hundertpunkt der Skala an diejenige Stelle derselben, an welcher nach Einschaltung dieser Zuckerlösung in 200 mm langer Schicht und Verschiebung der Quarzkeile der Nullpunkt des Nonius stand, nachdem die Gleichartigkeit des Gesichtsfeldes wieder eingetreten war. Auch auf dieser Skala wurde der Abstand zwischen dem Nullpunkt und dem Hundertpunkt in 100 gleiche Teile geteilt, und unter diesen Umständen zeigte auch hier jeder Teilstrich der Skala 1 Proz. Zucker in der untersuchten Lösung an.

Wenn man dann die Polarisation eines beliebigen Zuckers oder Saftes bestimmen wollte, so mußte man von diesem unter Anwendung eines Aräometers eine Auflösung von obengedachtem spezifischen Gewicht herstellen und deren Drehung im Apparat beobachten. Die Anwesenheit gelöster Nichtzuckerstoffe, welche das spezifische Gewicht ebenfalls und in anderer Weise als der Zucker beeinflussen, ließ naturgemäß jede Genauigkeit solcher Bestimmung bei nicht ganz reinen Lösungen vermissen. Man kam deshalb sehr bald von dieser Methode wieder ab und griff, unter Beibehaltung der Ventzkeschen Skaleneinteilung, auf die Gewichtsbestimmung zurück. Man ermittelte, daß in 100 ccm der Ventzkeschen Normallösung (1,100 spez. Gew. bei 17,5° C) genau 26,048 g

reiner und trockener Zucker aufgelöst enthalten waren, und danach wurde diese Gewichtsmenge = 26,048 g, in Luft mit Messinggewichten gewogen, das Normalgewicht für den Polarisationsapparat mit deutscher oder Ventzkescher Skala. Löste man 26,048 g reinen und trockenen Zucker mit Wasser zu 100 ccm Flüssigkeit von 17,5° C auf und polarisierte diese Lösung in einem Rohr von 200 mm Länge, so erhielt man den 100-Punkt der Skala, jeder Teilstrich derselben zeigte somit 0,26048 g oder 1 Proz. der abgewogenen Menge Zucker an. Unter „Cubikcentimeter" wurden, wenigstens in den letzten Jahrzehnten, allgemein die sogenannten Mohrschen Cubikcentimeter verstanden.

Nach den Beschlüssen der internationalen Chemikerkongresse zu Wien und Paris (1898 und 1900) sind nun aber bekanntlich für alle chemischen Arbeiten Meßgefäße nach dem metrischen System eingeführt worden, und demgemäß hat die „internationale Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen" festgesetzt, daß auch die Meßkölbchen für die Polarisation nicht mehr, wie bis dahin, für Mohrsche Cubikcentimeter, sondern ausschließlich für wahre oder metrische Cubikcentimeter hergestellt und „markiert" werden sollen. Gleichzeitig ist bestimmt worden, daß die Normaltemperatur bei chemischen und physikalischen Arbeiten — als welche teils + 15°, teils + 17,5° C bezeichnet wurde — künftig überall + **20° C** betragen soll, und dementsprechend sollen auch die Justierungen der Polarisationsapparate bei dieser Temperatur erfolgen, die Untersuchungsräume und die Apparate bei ihrer Benutzung dieselbe besitzen und die zu untersuchenden Zuckerlösungen stets bei 20° C hergestellt und polarisiert werden [1]).

Den durch diese allgemein angenommenen Vorschriften veränderten Beziehungen zwischen der Einteilung der Ventzkeschen Skala und dem Betrage des bis dahin gültigen Normalgewichts ist in der Weise Rechnung getragen worden, daß unter Berücksichtigung aller in Betracht kommenden physikalischen Verhältnisse das **Normalgewicht** neu berechnet und auf **26,000 g** festgesetzt worden ist [2]), da man aus prak-

---

[1]) Protokoll der dritten Versammlung der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen. Paris, d. 24. Juli 1900 (Zeitschrift 1900, S. 357).

[2]) Nach dem metrischen Maß- und Gewichtssystem ist bekanntlich 1,0 g das Gewicht von 1,0 ccm destillierten Wassers von + 4° C, dem Punkte seiner größten Dichtigkeit, im luftleeren Raume mit Messinggewichten gewogen. Angesichts der Unmöglichkeit, praktisch im luftleeren Raume und zu jeder Jahreszeit mit Wasser von + 4° C arbeiten zu können, hatte bereits Mohr (Mohr, Titriermethode, 2. Aufl., 1862, S. 32) bei Einführung der Maßgefäße eine Temperatur von 14° R (= 17,5° C) zugrunde gelegt, und es sind danach 100 Mohrsche Cubikcentimeter gleich dem Raume, welchen 100 g Wasser von 17,5° C, in Luft mit Messinggewichten gewogen, einnehmen. Da das Wasser sich bekanntlich mit steigender Temperatur ausdehnt und sein Volumen vergrößert, so müssen naturgemäß 100 g Wasser von + 17,5° C (= 100 Mohrsche Cubikcentimeter) einen größeren Raum einnehmen als 100 g

tischen Gründen von einer Änderung der vorhandenen Polarisationsapparate absehen mußte.

Die Vorschrift für Herstellung der Normalzuckerlösung lautet demnach wie folgt:

Man löst 26,000 g chemisch reinen, trockenen Zucker (in Luft mit Messinggewichten abgewogen) in Wasser von + 20° C in einem Kolben, welcher die Marke für 100 wahre Cubikcentimeter besitzt, und polarisiert die bis zur Marke aufgefüllte, gut durchgemischte und, wenn nötig, filtrierte Lösung unter Benutzung einer Röhre von 200 mm Länge in einem Apparate, dessen Temperatur + 20° C beträgt. Der Arbeitsraum soll ebenfalls eine Temperatur von + 20° C besitzen. Unter diesen Verhältnissen muß der Apparat genau 100,0 anzeigen, und jeder Grad der Skala entspricht einem Zuckergehalt der untersuchten Flüssigkeit von 0,260 g oder einem Prozent der abgewogenen Menge.

Wägt man also von einem beliebigen Zucker oder zuckerhaltigem Stoffe unter gleichen Verhältnissen, wie vorstehend, 26,000 g ab, löst oder verdünnt zu einem Volum von 100 wahren Cubikcentimetern

---

Wasser von + 4° C (= 100 wahre Cubikcentimeter), und zwar berechnet sich nach Anbringung der erforderlichen Korrektionen, daß 100 Mohrsche Cubikcentimeter, bei 760 mm Barometerstand und 17,5° C, = 100,235 wahre oder metrische Cubikcentimeter sind.

Will man nun unter Beibehaltung der Größe der wahren Cubikcentimeter das Wasser von + 4° C durch solches von der jetzt überall eingeführten Normaltemperatur von + 20° C ersetzen, so berechnet sich, daß ein Maßkolben, welcher bis zu seiner Marke 100 g Wasser von + 4° C, in Luft und mit Messinggewichten gewogen, faßt, unter diesen letztgenannten Bedingungen bis zu jener Marke nur 99,7174 g Wasser von + 20° C zu fassen vermag. — Unter Berücksichtigung der weiteren dabei in Betracht kommenden physikalischen Verhältnisse, auf welche hier nicht näher eingegangen werden kann, die aber, wenn erforderlich, an der unten angegebenen Stelle eingesehen werden mögen, ist nun seitens der Physikalisch-technischen Reichsanstalt in Berlin-Charlottenburg ermittelt worden, daß bei Zugrundelegung einer Beobachtungstemperatur von + 20° C und wahrer Cubikcentimeter das Normalgewicht für die Polarisationsapparate mit deutscher (Ventzkescher) Skala anstatt wie bisher 26,048 g, nur 26,010 g Zucker beträgt. (Zuschrift der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt zu Charlottenburg an den Vorsitzenden der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchung, Prof. Herzfeld-Berlin, vom 19. Dez. 1898, betreffend: „Umrechnung des Normalgewichts der Ventzkeschen Zuckerskala für die Benutzung einer Beobachtungstemperatur von 20° C und wahrer Cubikcentimeter". Zeitschrift 1899, II, S. 95.)

In Anbetracht der für den praktischen Gebrauch geringfügigen und ohne Bedenken zu vernachlässigenden Abweichung des Betrages 26,010 von dem einfachen Betrage 26,000 hat dann die gedachte Kommission beschlossen, daß „für metrische 100 ccm bei + 20° C, an der Luft mit Messinggewichten bestimmt, künftighin das Normalgewicht zu 26,00 g angenommen werden soll" (Protokoll d. Komm.-Sitzung v. 24. Juli 1900, Zeitschrift, 1900, I, S. 357).

Flüssigkeit von + 20° C und bestimmt mittels eines Rohres von 200 mm Länge deren Drehung, so bedeutet die gefundene Zahl, wie sie auf der Skala mit Zuhilfenahme des Nonius abgelesen wird, sofort und ohne weitere Rechnung den Gehalt der verwendeten Probe an chemisch reinem, trockenen Zucker in Gewichtsprozenten. Es ergibt sich dies aus folgender einfacher Betrachtung:

Hätte man im Apparate nach vorstehendem Verfahren z. B. bei einem Rohzucker + 90,5 an der Skala abgelesen, so würden, da 1 Teilstrich = 0,26 g Zucker, mithin 90,5 = 90,5 × 0,26 = 23,530 g Zucker entsprechen.

Enthalten aber die verwendeten 26,0 g Rohzucker nur 23,530 g reinen Zucker, so enthalten 100 g:

$$\frac{100 \times 23{,}530}{26{,}00} = 90{,}5 \text{ Proz.},$$

eine Zahl, welche also mit der direkten Skalenablesung genau übereinstimmt.

Die Lichtquelle und die Beleuchtungslampen.

Der deutsche Halbschattenapparat hat infolge der Konstruktion seiner polarisierenden Prismen den Vorzug, daß man bei seinem Gebrauch nicht an die Anwendung einer bestimmten Lichtquelle gebunden ist. Er ist ebenso brauchbar bei Beleuchtung mit dem gelben (homogenen) Licht der Natriumflamme wie mit dem gewöhnlichen weißen Licht der üblichen Beleuchtungskörper. Das letztere ist die Regel, man benutzt Petroleumlampen, Gasbrenner und Lampen für Spiritus- und elektrisches Glühlicht, welche sämtlich weißes Licht aussenden.

Den Polarisationsapparat selbst wie die dazugehörige Lampe befestigt man vorteilhaft derartig auf dem Arbeitstische, daß die gegenseitige Stellung zueinander unverrückbar ist, die Längsachse des Apparates soll rechtwinklig gegen die Lichtquelle, diese selbst vermittelst Verstellbarkeit ihres Trägers so hoch sich befinden, daß ihr hellster Teil in den Apparat eingeführt wird.

Auf Helligkeit, namentlich aber auf gleichmäßige Verteilung der Helligkeit auf dem ganzen Gesichtsfelde, ist sorgfältig zu achten. Jede Änderung in letzterer Beziehung beeinträchtigt den Strahlengang und damit auch die Gleichmäßigkeit der Beobachtungsergebnisse.

Der Abstand zwischen Lampe und Apparat muß ein derartiger sein, daß durch die Beleuchtungslinse ein scharfes Bild der Lichtquelle auf dem Analysatordiaphragma (Fig. 17 *D*, S. 41) des Apparates entworfen wird. Nach Anweisung von Landolt[1]) hält man, um diesen Abstand zu finden, an das Analysatordiaphragma ein Blättchen weißes

---

[1]) Landolt, S. 289.

Papier und dicht vor die Lichtquelle einen zugespitzten Draht; alsdann verschiebt man die Lichtquelle mit dem Draht so lange, bis ein scharfes Bild der Drahtspitze auf dem weißen Papier am Analysatordiaphragma hervorgerufen wird. Die so bestimmte Stellung der Lampe zum Apparat hält man dann ein für alle Male fest; bei diesem Abstande, der je nach den Verhältnissen 20 bis 25 cm betragen kann, ist es zugleich ausgeschlossen, daß der Apparat durch die Lichtquelle in unzulässiger Weise erwärmt wird [1]).

Fig 15.

Fig. 14.

$\frac{1}{5}$

Fig. 16.

Beim Gebrauch sind die Lampen mit einer Vorrichtung zu versehen, welche das Auge des Beobachters vor den direkten Strahlen schützt und dieselben nur in den Apparat leitet.

---

[1]) Schmidt u. Haensch bringen zu gleichem Zwecke bei neuen Apparaten ein „Blendrohr" am hinteren Ende derselben an, welches mittels einer aus zwei Linsen bestehenden Vorrichtung, die sie „Kondensor" nennen, gestatten soll, die Entfernung der Lichtquelle vom Apparat genau zu bemessen und zugleich deren richtige Stellung zur Lage der Längsachse des Apparates zu sichern.

Die Entfernung zwischen Lichtquelle und Kondensor soll danach genau 150 mm betragen. Die durch Einfügung eines Bichromatrohres als Strahlenfilter hervorgerufene Beeinträchtigung des Strahlenganges und der Helligkeit soll nach Angabe der Verfertiger durch den Kondensor aufgehoben werden, wenn derselbe in seiner Fassung um 8,9 mm herausgezogen und die Lichtquelle um denselben Betrag weiter abgerückt wird, so daß der Abstand wieder 150 mm beträgt.

Man benutzt dazu am zweckmäßigsten einen weiten Zylinder von Asbestpappe (Fig. 14), welcher den gewöhnlichen Glaszylinder umschließt, von unten reichlichen, die Hitze mäßigenden Lufteintritt gestattet und eine seitliche, mit einer Glasplatte [1]) geschlossene Öffnung besitzt, die das Licht dem Apparat zuführt.

Bei Petroleumbeleuchtung sind Flachbrenner zu wählen, die Hinkssche Lampe (Fig. 15) besitzt deren zwei; die Gaslampe von Schmidt u. Haensch hat drei einander parallel stehende Flachbrenner (Fig. 16); beide Lampen sind natürlich so aufzustellen, daß die Längsachse des Apparates die Flammen rechtwinklig schneidet.

Fig. 17. Fig. 18.

Besonders anwendbar ihrer Helligkeit wegen sind die Lampen mit Auerschem Gasglühlicht von der äußern Form, wie sie Fig. 17 zeigt. Auf dem Ansatz vor dem unteren Teile der Öffnung des äußeren Zylinders ist eine kleine mattgeschliffene Glasscheibe angebracht. Sie soll verhindern, daß die Maschen des Glühstrumpfes dem Auge des

---

[1]) Die an Stelle solcher einfachen Glasplatte noch häufig verwendeten Glaslinsen sind zu vermeiden. Sie verstärken die Helligkeit der Beleuchtung keineswegs und beeinträchtigen die Richtigkeit des Strahlenganges (Landolt, S. 354).

Beobachters in störender Weise im Gesichtsfelde erscheinen [1]). Der nach oben sich fortsetzende Schlitz der Lichtöffnung in dem äußeren Asbestzylinder dient zur Beleuchtung der Spiegelvorrichtung für die Skala des Apparates.

Lampen mit Spiritusglühlicht geben ebenfalls eine helle, sehr brauchbare Beleuchtung, der Umschlußzylinder ist derselbe wie beim Gasglühlicht.

Eine von der Zentrale für Spiritusverwertung in Berlin für diese Zwecke hergestellte Lampe zeigt Fig. 18. Sie besitzt etwa 60 Kerzen Leuchtkraft [2]) und ist sehr empfehlenswert.

Die Beobachtungslampe für elektrisches Licht enthält eine Birne, die auf der Vorderseite matt geätzt ist, auf der rückseitigen Innenfläche einen glänzenden Silberspiegel trägt und dabei eine starke Leuchtkraft besitzt. (Etwa 50 Kerzen bei 100 bis 110 Volt Spannung.) Auch die Birne erhält den oben gedachten Umschlußzylinder.

Diese elektrischen Lampen können durch Anschluß an eine vorhandene Leitung oder durch Akkumulatoren gespeist werden und besitzen den anderen Lichtquellen gegenüber die bekannten Vorzüge und Nachteile elektrischer Beleuchtung.

Eine sehr gute elektrische Beleuchtungsvorrichtung von Schmidt und Haensch besteht in der Anbringung eines Glühlämpchens (für 6 Volt Spannung) am Polarisationsapparat selbst. Es erleuchtet durch eine Spiegelblendung auch die Skala und gibt ein helles und namentlich gleichmäßiges Licht bei kaum merklicher Wärmeentwicklung; dagegen hat die von Großmann [3]) empfohlene Beleuchtung des Apparates mittels einer sog. Nernst-Projektionslampe der allgemeinen Elektrizitäts-Gesellschaft in Berlin bislang keine Verwendung gefunden.

2. Der französische Halbschattenapparat von Laurent.

Die optische Einrichtung dieses Instrumentes weist gegenüber der des deutschen Halbschattenapparates wesentliche Eigentümlichkeiten und Unterschiede auf, von denen die Laurentsche Platte, der drehbare Analysator, die Kreisteilung und die Art der Beleuchtung die hauptsächlichsten sind.

Die Konstruktion des Apparates, wie er in den französischen Staatslaboratorien und wohl auch in den französischen Zuckerfabriken ausschließlich benutzt wird, zeigt Fig. 19. Das in den Apparat eintretende Licht trifft zunächst bei B eine die Beleuchtung verstärkende Linse und sodann bei E das S. 45 und 48 beschriebene Strahlenfilter, eine

---

[1]) Bei richtigem Abstande der Lichtquellen vom Apparat tritt solche Störung auch ohne matte Scheibe nicht ein (Landolt, S. 355).

[2]) Der Spiritusverbrauch beträgt ungefähr 125 ccm Brennspiritus in der Stunde.

[3]) Zeitschrift 1906, S. 1022.

dünne Schicht von doppeltchromsaurem Kalium entweder in kristallisierter Form, oder in wässeriger Lösung zwischen parallelen Glasplatten eingeschlossen. Das Chromsäuresalz läßt, wie schon oben bemerkt, nur einfarbiges, gelbes Licht hindurch. Dieser Vorrichtung, welche bei sehr tief gefärbten Zuckerlösungen entfernt werden kann, folgt bei *P* das polarisierende, doppeltbrechende Nicol, welches vermittelst des Armes *K* und der Hebelvorrichtung *UXJ* um einen geringen, durch eine Führung begrenzten Betrag in der Richtung seiner Längsachse gedreht und in jeder Lage festgehalten werden kann. Diese Einrichtung bezweckt, dem Gesichtsfelde mehr oder weniger Licht zu geben. Ist die zu polarisierende Flüssigkeit farblos oder schwach gefärbt, so wird der Hebel bis zum



Aufhalter gedreht und das einfallende Licht dadurch etwas gedämpft; ist die Flüssigkeit gefärbt, so senkt man den Hebel mehr oder weniger und erzeugt dadurch eine größere Helligkeit. Der Nullpunkt wird durch diese Bewegung des Polarisators nicht beeinflußt.

Als Hauptbestandteil des Apparates befindet sich bei *D* die „Laurentsche Platte", ein rundes Diaphragma, welches eine Glasplatte trägt, deren eine Hälfte von einem dünnen, planparallel und parallel zur optischen Kristallachse geschliffenen Quarzplättchen bedeckt ist. Die senkrechte Kante *a* dieses Quarzes teilt, wie Fig. 20 zeigt, das runde Gesichtsfeld in zwei gleiche Halbscheiben, welche, wenn der Apparat auf dem Nullpunkt steht, als eine ganz gleichmäßig schwach beschattete Kreisfläche in unbestimmtem hellen Farbenton sich darstellen, von denen aber die eine hell beleuchtet, die andere dunkel und durch *a* scharf von jener getrennt erscheint, sobald die Einstellung des Apparates geändert oder ein optisch aktiver Stoff eingeschaltet wird. Die Laurentsche Platte wirkt derart, daß die durch den Nicol *P* polarisierten Lichtstrahlen

in der rechten, unbedeckten Hälfte keine Ablenkung erleiden, während sie in der anderen Hälfte durch die Quarzplatte abgelenkt werden.

L ist das Lager für die Beobachtungsröhre *R*, *C* die Kreisscheibe, welche die Teilung trägt. Das analysierende Nicol *H* befindet sich, festgelagert, in einer Hülse, welche, mit der Kreisscheibe und zugleich auch mit dem Fernrohr *O* fest verbunden, mit ihnen drehbar ist. Die Kreisscheibe selbst hat zu letzterem Zwecke an ihrem Außenrande eine feine Zahnung, in welche der von einem wagerechten, unbeweglichen Schenkel getragene, mit Zahnantrieb versehene Knopf *G* eingreift. Ein zweiter, senkrecht feststehender Schenkel trägt den Nonius, der samt der Kreisteilung durch den kleinen Spiegel *M* von der Beobachtungslampe her erleuchtet und durch das Vergrößerungsglas *N* zu beobachten ist. *F* endlich ist eine Vorrichtung, welche zur genauen Einstellung des Nullpunktes, zu einer dementsprechenden ganz geringen Lageveränderung des Analysators dient und, wenn dies geschehen, hält die Schraube *Z* denselben dann in der richtigen Stellung fest.

Beim Gebrauch des Apparates stellt man zunächst durch Drehung des Knopfes *G* den Nullpunkt der Kreisteilung genau mit dem des Nonius zusammenfallend ein und beobachtet, ob bei dieser Stellung vollständige Gleichartigkeit in der Beschattung der beiden Hälften des Gesichtsfeldes vorhanden. Ist das nicht der Fall, so dreht man, nach Lockerung von *Z*, vorsichtig an *F*, nach der einen oder anderen Seite, bis bei unausgesetzter Beobachtung jene Gleichmäßigkeit hergestellt ist. Der Apparat „steht dann richtig ein“ und *Z* wird wieder angezogen. Schaltet man nun eine Substanz ein, welche die Polarisationsebene dreht, so wird die Gleichartigkeit der Beleuchtung beider Kreishälften gestört, und der Analysator muß vermittelst des Knopfes *G* so weit, bei rechtsdrehenden Körpern nach rechts, bei linksdrehenden nach links gedreht werden, bis die gleichmäßige Beschattung der beiden Halbkreise des Gesichtsfeldes wieder erzielt ist. Die Größe des Winkels, um den das Nicol und mit ihm die Kreisscheibe gedreht werden mußte, entspricht dem Drehungsvermögen der untersuchten Substanz und kann mit Hilfe des Fernrohres *N* ohne weiteres an der auf der Scheibe befindlichen Teilung abgelesen werden.

Fig. 20.

a

Die Einteilung der Skala und das Normalgewicht. Die Kreisscheibe des Apparates Laurent trägt zwei verschiedene Einteilungen, die eine, äußere, der Peripherie der Scheibe zunächst stehende ist in Kreisgrade und deren Unterabteilungen geteilt und dient bei Untersuchungen beliebiger optisch-aktiver Stoffe, die andere, innere, ist lediglich für Zuckeruntersuchungen bestimmt und läßt Zuckerprozente ablesen. Jede Teilung besitzt einen eigenen Nonius; der links befindliche, tiefer stehende, vermittelt die Ablesung der Zuckerskala, der

rechtsstehende, obere Nonius die Ablesung der Kreisgrade. Das Vergrößerungsglas *N* läßt beide Einteilungen übersehen, die Art und Weise der Ablesung selbst gleicht vollkommen der auf S. 39 beschriebenen.

Die französische „Zuckerskala“ ist auf den Grundsatz hin konstruiert, daß den Normalgehalt die Zuckerlösung besitzt, deren Drehung im 200-mm-Rohr gleich derjenigen ist, welche eine 1 mm dicke Quarzplatte ausübt. Beim Einlegen solcher Lösung in den Apparat läßt die Skala nach stattgehabter Drehung des Analysators bis zum Wiedereintritt gleichmäßiger Beschattung des Gesichtsfeldes den Hundertpunkt finden.

Diesen Drehungsbetrag ruft in 200 mm langer Schicht eine Rohrzuckerlösung hervor, welche 16,29 g reinen Zucker zu 100 ccm Flüssigkeit bei 20° C aufgelöst enthält.

Das Normalgewicht für den Halbschattenapparat von Laurent beträgt also **16,29** g, so daß jeder Teilstrich der Zuckerskala 0,1629 g Zucker in 100 ccm Lösung oder 1 Proz. der abgewogenen Menge entspricht.

Wägt man also von einem Zucker oder einer Zuckerlösung 16,29 g ab, löst oder verdünnt zu 100 ccm Flüssigkeit bei + 20° C und bringt dieselbe im 200-mm-Rohr in den Apparat, so liest man nach erfolgter Einstellung direkt die Zuckerprozente ab.

Der Hundertpunkt der Zuckerskala entspricht dem Punkt 21° 40 der Kreisteilung und gilt, wie schon bemerkt, nach den französischen Feststellungen gleich dem Drehungsbetrage einer Quarzplatte von 1 mm Dicke [1]).

Die Lichtquellen und die Beleuchtungslampen.

Die Benutzung des Laurentschen Instrumentes schließt den Gebrauch gewöhnlicher Lampen aus und erfordert eine Lichtquelle, welche gleichartiges, homogenes Licht liefert. Man erhält ein solches, und zwar das homogene gelbe Licht, wie es für diese Zwecke immer be-

---

[1]) Mascart, „Arbeitsvorschrift betreffend die Untersuchung von Zucker für die Laboratorien des französischen Finanzministeriums“, Zeitschrift 1900, S. 987. Man sehe auch Mascart und Bénard, „Bericht für den französischen Finanzminister über das optische Drehungsvermögen des Rohrzuckers“, Zeitschrift 1899, S. 558. Landolt (Das optische Drehungsvermögen, 2. Aufl., S. 333) bezeichnet die französische Skala als „gänzlich ungeeignet, weil ihr Hundertpunkt durch die Drehung einer 1 mm dicken Quarzplatte definiert wird“. Die Zugrundelegung der Dicke einer Quarzplatte ist nach ihm „unnötig und unpraktisch, da man, so oft die Größe der absoluten Drehung von 1 mm Quarz verschieden bestimmt wird, zugleich immer das Normalgewicht anders wählen muß; so erklärt sich denn auch, daß das französische Normalgewicht wenigstens jedes Jahrzehnt einmal abgeändert worden ist“. Tatsächlich findet man es angegeben von 16,02 bis 16,471.

nutzt wird, wenn man in die nicht leuchtende blaue Flamme eines Bunsenschen Gasbrenners vermittelst einer aus dünnem Platindraht bestehenden Vorrichtung eine Natriumverbindung, am besten Kochsalz, einführt. Durch die Hitze schmelzend und verdampfend, färbt dasselbe die Flamme gelb und macht sie leuchtend.

Vor einer Anzahl verschiedenartiger Konstruktionen solcher „Natriumlampen" zeichnet sich die Landoltsche Natriumlampe[1]) (Fig. 21) durch eine besonders helle Lichterzeugung aus.

Über einem großen Gasbrenner A mit doppeltem Luftzuge, Drahtnetzkegel und verschiebbarem, rundem Schornstein ist ein niedriger, aus Eisenblech hergestellter, unten und oben offener Kasten B befestigt. Die Vorderseite besitzt eine runde Öffnung für die Beleuchtung des Polarisationsapparates, vor welcher sich der mit drei Löchern von 20, 15 und 10 mm Durchmesser versehene Messingschieber C leicht bewegen läßt.

Fig. 22.

Auf den eingekerbten, oberen Rand des runden Schornsteins werden

Fig. 21.

zwei Nickeldrähte D gelegt, um deren Mitte je ein Stück feines Nickeldrahtnetz aufgerollt ist, dessen Maschen mit geschmolzenem Kochsalz getränkt werden Man legt sie zu diesem Zwecke in ein rinnenförmig gebogenes Nickelblech, auf dem durch starke Erhitzung das Salz vorher verflüssigt war.

Wenn dann bei angezündeter Flamme der Schornstein des Brenners so tief geschoben wird, daß die Kochsalzzylinder sich dicht über dem

---

[1]) Landolt, S. 356.

Drahtnetzkegel befinden, tritt auf der Vorder- und Rückseite der Flamme intensive Färbung auf.

Wo Leuchtgas nicht zur Verfügung steht, benutzt man sehr zweckmäßig die „Eolipyle Laurent", in welcher Spiritus gebrannt wird. Sie besteht, wie Fig. 22 zeigt, aus dem kleinen, mit einem Sicherheitsventil *E* versehenen Kupferkessel *H*, dessen Spiritusfüllung durch die Spirituslampe *L*, deren Flammengröße mittels der Schraube *D* zu regeln ist, erhitzt wird. Die Spiritusdämpfe gelangen, vermöge der Öffnungen *V* mit Luft gemischt, in den Doppelbrenner *T*, erhitzen und schmelzen, angezündet, das in den beiden Körbchen aus Platinblech *g* befindliche Kochsalz und brennen dann mit stark leuchtender gelber Natriumflamme. *C* sind die Schornsteine, *B* kennzeichnet die Stellung des Polarisationsapparates.

Die Beobachtungsröhren.

Der Bau der am meisten benutzten Polarisationsinstrumente ist für Beobachtungsröhren von 200 mm Länge bemessen[1]); die Länge der „Normalröhre" beträgt somit bei diesen Apparaten 200 mm oder 2 dm.

Neben diesen Normalröhren werden den meisten Instrumenten auch sog. „halbe Röhren" von 100 mm Länge beigegeben, welche für Beobachtungen gefärbter Lösungen dienen sollen, wenn dieselben in „ganzen Röhren" eine sichere Ablesung wegen der Farbentiefe nicht mehr gestatten. Der bei Anwendung solcher Röhren abgelesene Drehungsbetrag ist zu verdoppeln. Ein etwaiger Beobachtungs- oder Ablesungsfehler wird sich naturgemäß bei der Berechnung ebenfalls um das Doppelte erhöhen, und aus diesem Grunde ist die Anwendung halber Röhren tunlichst zu beschränken. Andererseits werden auch Apparate für Beobachtungsröhren von 400 mm und 600 mm, also von „doppelter Länge" und „dreifacher Länge" gebaut. Sie lassen, da der Betrag der Drehung, wie oben gezeigt, mit der Länge (Dicke) der polarisierenden Schicht wächst, bei Anwendung der Normalgewichtsmengen den doppelten bzw. dreifachen Drehungsbetrag ablesen, welcher also bei der Prozentberechnung durch 2 oder 3 zu teilen ist. Für die Untersuchung zuckerarmer Flüssigkeiten sehr geeignet, schließen diese Apparate die Beobachtung auch nur schwach gefärbter Lösungen gänzlich aus; sie sind wegen ihrer Länge sehr vorsichtig zu behandeln und etwas unbequem beim Gebrauch und infolge dieser Umstände wenig verbreitet.

---

[1]) Eine Ausnahme macht der auf S. 49 und 50 erwähnte deutsche Apparat mit beschränkter Skala für hochprozentige Zucker, welcher nur Röhren von 400 mm Länge führt.

Der Apparat Laurent wird in drei Größen gebaut, zu Beobachtungsröhren bis 500 mm, bis 300 mm und zu 200 und 220 mm Länge.

Die Röhren werden entweder von Glas mit angekitteten Fassungen aus Messing oder Hartgummi oder ganz aus Messing, innen hochpoliert, hergestellt. Für die gewöhnlichen Beobachtungen sind die letzteren ihrer größeren Haltbarkeit wegen vorzuziehen, bei Polarisationen invertierter, saurer Lösungen indessen nur Glasröhren anwendbar. Alkoholische Lösungen erfordern Metallröhren, da die Einkittung der Glasröhren durch den Alkohol erweichen und locker werden kann.

Fig. 23.

c

b

A

a

Die Metallröhren haben den Nachteil, daß ihre Ausdehnung bei Temperaturschwankungen viel erheblicher ist als die der Röhren aus Glas, und daß die dadurch etwa eintretenden Beobachtungsfehler sich mithin stärker bemerkbar machen können.

Der innere Durchmesser der üblichen Beobachtungsröhren beträgt 3 bis 8 mm; jedenfalls muß er etwa 3 mm größer sein als der der beiden Diaphragmen für den Aus- und Eintritt der Lichtstrahlen am Polarisator und Analysator.

Man hat auch Beobachtungsröhren von Glas, welche an einem Ende eine kleine Erweiterung, eine Ausbauchung besitzen, um Luftblasen, die in der Röhre beim Füllen zurückgeblieben sind, aufzunehmen. Bei wagerechter Lage der Röhre im Apparat tritt die Luftblase dann in diese Ausbauchung und beeinträchtigt das Gesichtsfeld nicht. Bei der geringen Geschicklichkeit, welche erforderlich ist, um eine Beobachtungsröhre so zu füllen und zu verschließen, daß Luftblasen nicht zurückbleiben, lassen sich diese Art Röhren vollständig entbehren.

Die Richtigkeit der Rohrlänge ist natürlich von äußerster Wichtigkeit und bei den mechanischen Hilfsmitteln, wie sie bei der Herstellung solcher Gegenstände jetzt benutzt werden, kann man bei guten Bezugsquellen stets auf Beobachtungsröhren von richtiger Länge rechnen. Man prüft und kontrolliert dieselben, wenn erforderlich, am einfachsten mittels des Landoltschen Längenmessers, Fig. 23, eines metallenen, mit einer Millimetereinteilung versehenen Maßstabes *A*, der an seinem unteren Ende bei *a* eine scharfe Schneide besitzt und beim Gebrauch am Holzgriff *c* gehalten wird. Auf dem Maßstab gleitet der verschiebbare Nonius *b*, der die Ablesung von zehntel Millimetern gestattet und auf beiden Seiten eine nach unten gerichtete Schneide trägt. Zur Messung der Länge einer Röhre verschließt man dieselbe an einem Ende mit Deckglas und Verschlußkopf, läßt vorsichtig den Maßstab in die senkrecht aufgestellte Röhre gleiten, bis die Schneide *a* das Deckglas berührt, schiebt den Nonius so weit hinunter, bis seine Schneiden eben die

obere Endfläche der Röhre treffen, und liest dann ohne weiteres die Rohrlänge ab.

Die beiden Endflächen der Röhren müssen sorgfältig eben geschliffen und einander parallel sein und genau rechtwinklig zur Längenachse stehen. Eine Vernachlässigung dieser Bedingungen, wie sie z. B. bei mangelhaft abgeschliffenen Glasröhren oder bei verbogenen Metallröhren vorkommen kann, veranlaßt eine schräge Lage der Deckgläser, eine Störung des Strahlenganges und somit fehlerhafte Beobachtungen. Es verrät sich ein solcher Mißstand durch ein scheinbares Auf- und Absteigen, ein sog. „Schleudern" des Gesichtsfeldes, wenn man während der Beobachtung die in der Rohrhülse liegende Röhre um ihre Längsachse rollt.

Die Endflächen der Röhren bedürfen deshalb ganz besonderer Schonung und müssen vor jeder Verletzung sorglich gehütet werden.

Der Verschluß der Röhren wird auf beiden Enden durch aufgelegte, runde Deckgläser bewirkt, welche entweder durch Schraubenköpfe oder durch aufschiebbare, federnde Deckelhülsen, den sog. Landoltschen Verschluß, angedrückt werden. Bei den französischen Instrumenten ist auch ein sog. Bajonettverschluß gebräuchlich.

Beim Verschluß selbst darf niemals ein scharfes Anpressen der Deckgläser stattfinden. Bei starkem Druck werden dieselben leicht selbst lichtbrechend und vermögen dann den Drehungsbetrag der eingeschlossenen Flüssigkeit zu beeinflussen. Die Deckgläser sollen zwar dichtschließend, aber nur locker aufliegen, und es müssen die Schraubengewinde mit Rücksicht hierauf leicht und willig aufeinander gehen.

Beim Landoltschen Verschluß ist ein Pressen der Deckgläser überhaupt nicht möglich; aus diesem Grunde und wegen der schnellen und angenehmen Handhabung verdient er dem älteren Schraubenverschluß vorgezogen zu werden.

Die Verschlußköpfe sind inwendig mit einem nicht zu dünnen, elastischen und weichen Gummiringe zu versehen, der bisweilen zu erneuern und dessen richtige Lage zu beachten ist. Hart gewordene oder verschobene Ringe können gelegentlich eine schiefe Stellung der Deckgläser und somit Fehlerquellen verursachen.

Aus demselben Grunde ist darauf zu achten, daß beim Verschluß der Röhren keine Anteile des Gummiringes auf die Fläche des Deckglases herausgedrängt werden.

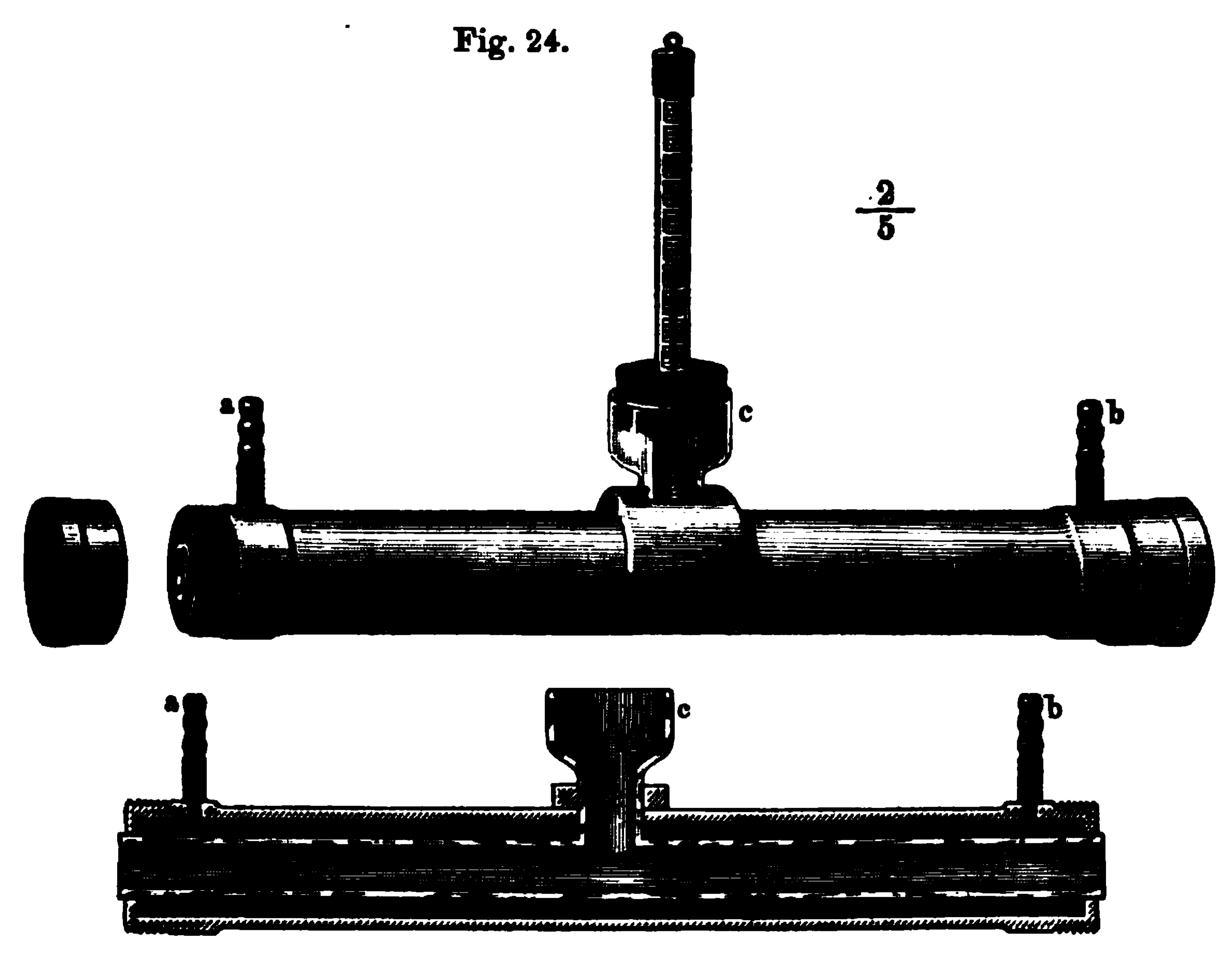
Die Deckgläser werden aus starkem, farblosem und optischinaktivem Glase hergestellt, sie müssen völlig planparallel geschliffen sein und ganz leicht in die Verschlußköpfe passen, frei von Schrammen und Rissen und beim Gebrauch rein und trocken gehalten werden.

Es finden sich bisweilen Deckgläser, welche die ersteren Bedingungen nicht erfüllen, von optisch-aktivem, also polarisierendem Glase gefertigt

oder nicht planparallel sind. Man muß deshalb, bevor neue Deckgläser in Gebrauch genommen werden, in dieser Beziehung prüfen, indem man, nach sorgfältiger Kontrolle des Nullpunktes, eine leere Beobachtungsröhre nur auf einer Seite mit einem Deckglase in vorschriftsmäßiger Weise versieht und bei verschiedenen Lagen der Röhre eine Anzahl Beobachtungen vornimmt. Es dürfen sich dabei keine ungleichen Beschattungen in dem Gesichtsfelde zeigen.

Beim Reinigen der Röhren sind stets beide Verschlußköpfe abzunehmen und nach gründlichem Abspülen mit reinem Wasser alle einzelnen Teile sorgfältig zu trocknen. Mittels eines passenden Holz-

Fig. 24.



stäbchens schiebt man zu diesem Zwecke einige Pfropfen von zusammengerolltem Filtrierpapier durch die Röhre, bis sie beim Hindurchblicken völlig trocken und spiegelblank erscheint.

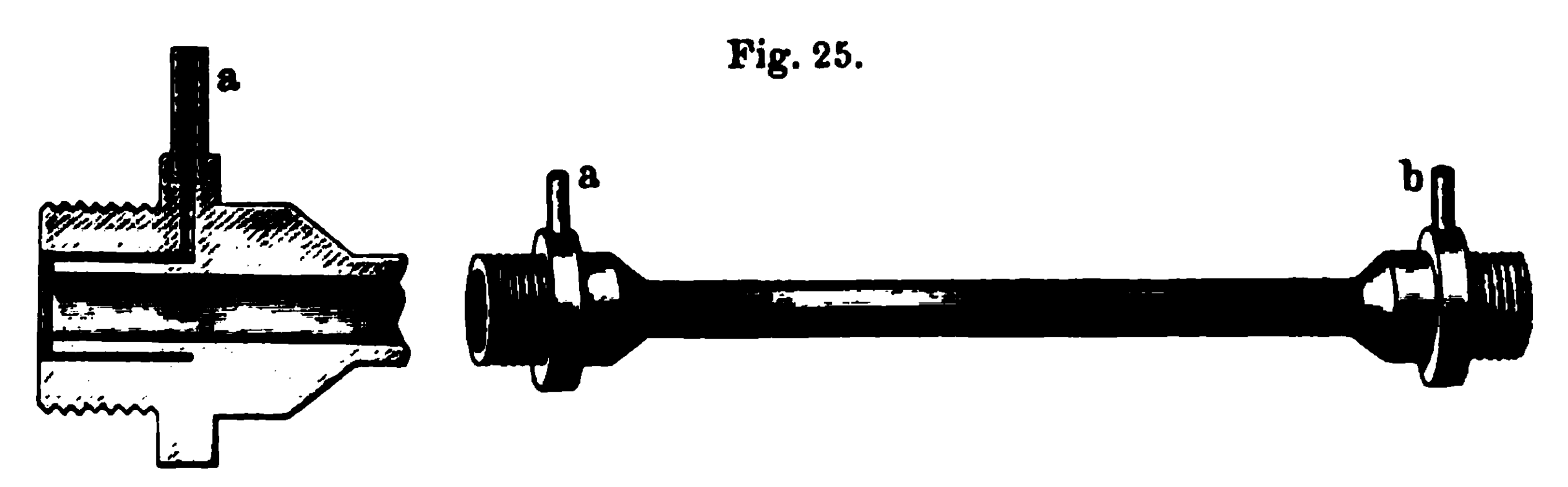
Das Drehungsvermögen invertierter Zuckerlösungen wird, wie auf S. 17 bereits erwähnt, durch Temperaturveränderungen stark beeinflußt. Für die optische Untersuchung derartiger Flüssigkeiten ist deshalb eine Vorrichtung notwendig, welche es ermöglicht, den Inhalt der Beobachtungsröhre auf einen bestimmten Wärmegrad zu bringen, der während der Dauer der Beobachtung unverändert bleiben muß. Zu diesem Zwecke dienen Beobachtungsröhren mit Messingmantel für Wasserumspülung (Fig. 24).

Eine starkwandige Glasröhre von 200 mm Länge ist in ein Metallrohr von größerem Durchmesser, aber etwas geringerer Länge derart eingekittet, daß zwischen den beiden Röhren ein an beiden Seiten geschlossener, die Glasröhre in ihrer ganzen Länge umgebender Hohlraum

gebildet wird. Derselbe dient zur Aufnahme von Wasser, durch dessen Temperatur der Inhalt der Glasröhre entweder abgekühlt oder im Bedarfsfalle angewärmt zu werden vermag. Das äußere Metallrohr trägt an beiden Enden eingeschnittene Schraubengewinde, zu welchen metallene, zum Zweck der Reinigung abnehmbare Verschlußköpfe passen.

Der Rohrstutzen *a* läßt das Wasser eintreten, welches in einem größeren, in passender Nähe etwas erhöht aufgestellten Vorratsgefäß bereits vorher auf den erforderlichen Wärmegrad gebracht worden ist. Aus *b* tritt das Wasser wieder aus, mit Quetschhahn versehene Gummischläuche vermitteln den Anschluß an die Zu- und Ableitung. Zum Füllen des inneren Glasrohres mit der zu prüfenden Flüssigkeit dient der durch den Metallmantel hindurchtretende, trichterförmige Ansatz *c*, welcher zugleich bestimmt ist, während der eigentlichen Beobachtung ein kleines, in die Zuckerlösung eintauchendes und durch einen Kork-

Fig. 25.



stopfen gehaltenes Thermometer aufzunehmen. Den Korkstopfen selbst versieht man mit einem offenen, feinen Längskerb, um ein Austreten von Luft beim Einsetzen des Thermometers oder bei einer Ausdehnung der eingeschlossenen Zuckerlösung zu ermöglichen.

Bei der Untersuchung von Rübensäften, wenn solche, wie namentlich bei Bewertung der Rüben nach Zuckergehalt und auf Samenzuchtstationen, in großer Menge möglichst schnell zu erledigen sind, benutzt man mit Vorteil die von Pellet angegebene, von Müller[1]) verbesserte „Durchflußröhre für ununterbrochene Polarisation" (Fig. 25).

An beiden Enden der Röhre, welche beim Gebrauch durch die gewöhnlichen (auf der obenstehenden Zeichnung weggelassenen) Deckgläser und Schraubenköpfe geschlossen wird, sind zwei kleine Rohrstutzen *a* und *b* angebracht, welche beide in ganz gleicher Weise mit dem Innern der Röhre derart in Verbindung stehen, daß eine durch *a* eingegossene Flüssigkeit unmittelbar hinter dem Deckglase und rings um dasselbe herum in die Röhre eintreten, sie füllen und sie demnächst durch *b* in gleicher Weise wieder verlassen kann, sobald sie durch eine andere, bei *a* eintretende Flüssigkeit verdrängt wird. Die Figur zeigt links den stark vergrößerten Durchschnitt des Röhrenkopfes.

---

[1]) Zeitschrift 1891, S. 338; 1892, S. 277.

Die Röhre wird beim Gebrauch durch eine geeignete Vorrichtung im Polarisationsapparat befestigt und mit zwei dünnen, nach abwärts gerichteten Gummischläuchen, einem kurzen bei *a* und einem längeren, als Heber wirkenden, bei *b* versehen. Nachdem bei Beginn der Arbeit die Röhre durch Ansaugen bei *b* mit einer Zuckerlösung gefüllt ist, kann man durch Öffnen eines hinter *b* befindlichen Quetschhahnes diese Rohrfüllung nach stattgehabter Polarisation ablaufen lassen und ohne Unterbrechung eine zweite Lösung durch *a* nachziehen. Dieselbe füllt die Röhre, ohne sich mit der durch sie verdrängten Flüssigkeit zu mischen, wird polarisiert, macht in gleicher Weise, wie beschrieben, einer dritten Lösung Platz, und es können so beliebige Mengen von Zuckersäften, welche natürlich gebrauchsfertig bereit stehen müssen, ohne Wechsel und jedesmalige Reinigung der Röhre, in kürzester Zeit hintereinander polarisiert werden. Man liest ab, sobald der Apparat ein klares, schlierenfreies Bild zeigt.

Anstatt die Lösungen durch die Heberwirkung des Schlauches an *b* einzuziehen, kann man sie auch bei *a* eingießen. Für solche Fälle erhält der Ansatz *a* einen kleinen Trichter und darunter, zum Schutz für den Apparat, einen vertieften Teller mit seitlichem Abflußrohr, durch welchen etwa überfließende oder verschüttete Flüssigkeiten abtropfen können. Die Methode des Abheberns ist besser.

Umrechnung der Drehungsbeträge der verschiedenen Polarisationsapparate.

1 Ventzke . . . . . = 1,5932 Laurent,
1 Ventzke . . . . . = 0,3469 Kreisgrade,
1 Laurent . . . . . = 0,2167 Kreisgrade,
1 Laurent . . . . . = 0,6277 Ventzke,
1 Kreisgrad . . . . . = 4,6147 Laurent,
1 Kreisgrad . . . . . = 2,8827 Ventzke.

Spezifische Gewichtsmethode.

Das spezifische Gewicht oder die Dichte eines Körpers ist bekanntlich die Zahl, welche angibt, wievielmal ein Körper schwerer ist als ein gleicher Raumteil Wasser bei $+ 4^0$ C oder auch das Gewicht eines Cubikcentimeters, ausgedrückt in Grammen, und auf die Ermittelung des spezifischen Gewichtes von Zuckerlösungen gründet sich die zweite Methode der Zuckerbestimmung.

Es wird dasselbe um so größer, je höher der Prozentgehalt an gelöstem Zucker steigt. Selbstverständlich darf, falls die Bestimmung eine genaue sein soll, die betreffende Lösung neben dem Zucker keine anderen Stoffe aufgelöst enthalten, da diese auf die Dichte der Flüssigkeit gleichfalls von Einfluß sein würden.

Es kann die Bestimmung auf verschiedene Weise geschehen, mit der Spindel, dem Pyknometer und der hydrostatischen Wage.

Die Bestimmung mit der Spindel. Das einfachste Verfahren ist die Benutzung des Skalen-Aräometers oder der Spindel. Dieses Instrument, dessen gebräuchlichste Form die Fig. 26 zeigt, besteht aus einem hohlen, rings geschlossenen Glaskörper, der in seinem oberen, verjüngten Teil eine Papierskala einschließt und vermittelst des Gewichts der unten befindlichen, mit Bleischrot oder Quecksilber beschwerten Kugel beim Einsenken in eine Flüssigkeit bis zu einer gewissen Tiefe eintaucht und schwimmend in senkrechter Lage gehalten wird. Der Gebrauch der Aräometer beruht auf dem physikalischen Gesetze, daß bei gleichem Gewichte zweier verschiedener Flüssigkeitsmengen die Raumgrößen derselben oder ihre Volumina sich umgekehrt verhalten wie ihre spezifischen Gewichte. Je größer bei gleichem Gewichte die Raumgrößen, desto kleiner sind die Dichten.

Fig. 26.

Erfüllen z. B. (bei gleicher Temperatur):

100 g konzentrierte Schwefelsäure einen Raum von 54,4 ccm,
100 g destilliertes Wasser einen Raum von . . 100,0 „
100 g absoluter Alkohol einen Raum von . . 126,5 „

so ist das Gewicht eines Cubikcentimeters oder die Dichte der Schwefelsäure $\frac{100,0}{54,4} = 1,84$, des Wassers $\frac{100,0}{100,0} = 1,00$, des Alkohols $\frac{100,0}{126,5} = 0,79$.

Wenn ein Körper — hier das Aräometer — in einer Flüssigkeit schwimmt, so ist das Gewicht der verdrängten Flüssigkeit dem Gewichte des schwimmenden Körpers gleich. Ein und derselbe Körper wird mithin in Flüssigkeiten von ungleicher spezifischer Schwere eine geringere oder größere Menge derselben verdrängen und dadurch mehr oder weniger tief eintauchen. Die Einteilung der Skala ermöglicht alsdann, die Tiefe des Einsinkens in Zahlen abzulesen.

Senkt man eine Spindel, deren Skala die Zahlenangaben für spezifisches Gewicht von 1,000 (dem Punkte, bis wohin die Spindel in destilliertem Wasser einsinkt) an aufwärts trägt, in eine reine Zuckerlösung, so wird sie um so tiefer einsinken, je leichter die Lösung ist, je geringer ihr spezifisches Gewicht, je weniger Zucker sie aufgelöst enthält. Aus dem an der Spindel abgelesenen Betrage des spezifischen Gewichts läßt sich alsdann aus genau berechneten Tabellen der Zuckergehalt der betreffenden Lösung in Gewichtsprozenten ablesen und feststellen.

Aräometer mit in dieser Weise geteilter Skala heißen rationelle oder spezifische Gewichtsspindeln; sie sind natürlich für reine Flüssigkeiten jeder Art zu gebrauchen. Sie geben lediglich das spezifische Gewicht der geprüften Lösung an und unter Hinzuziehung von Tabellen, welche meistens, für die verschiedenartigsten Flüssigkeiten berechnet, vorhanden sind, läßt sich aus jenen Zahlen der prozentische Gehalt des gelösten Stoffes ermitteln.

Man verlangt jedoch in der großen Praxis der technischen Gewerbe nach Instrumenten, welche den Gehalt von Flüssigkeiten an bestimmten aufgelösten Stoffen — hier den Gehalt an Zucker — ohne weiteres, d. h. ohne Hilfe von Tabellen angeben. Bezeichnet man zu dem Zwecke die Skala eines Aräometers derart, daß man an die Stelle der Zahlen für die spezifischen Gewichte den diesen Angaben entsprechenden Betrag an aufgelöstem, reinem Zucker in Gewichtsprozenten schreibt, so erhält man dadurch ein besonderes Aräometer für Zuckerflüssigkeiten, ein sogenanntes Saccharometer, dessen Benutzung eine Heranziehung von Tabellen unnötig macht und den Zuckergehalt beliebig starker, reiner Lösungen direkt an der Skala des Instrumentes ablesen läßt.

Hätte man z. B. eine reine Zuckerlösung von der Dichte 1,08, so würde die Skala des Saccharometers an dem Punkte, bis zu welchem dasselbe in jene Lösung einsinkt, die Zahl 20,0 tragen müssen und somit ausdrücken, daß diese Lösung in 100 Gew.-Tln. 20,0 Tle. Zucker aufgelöst enthält. Statt der Zahlen 1,06 oder 1,04 würde man am Saccharometer die Zahlen bzw. 16,0 und 12,0 finden und somit in den betreffenden Flüssigkeiten Lösungen von 16,0 oder 12,0 Proz. Zuckergehalt vor sich haben.

Die so beschaffene Saccharometerskala ist zuerst von Balling eingeführt und später von Brix aufs neue berechnet und kontrolliert. Man nennt daher die am Saccharometer abgelesenen Grade auch gleichbedeutend Grade nach Balling (Bg) oder Brix (Bx), die Saccharometer selbst meist Brixspindeln[1]).

Das neben diesen Brixspindeln in den Zuckerfabriken viel benutzte Aräometer von Baumé gibt über den Zuckergehalt einer Lösung ohne weiteres keinen zahlenmäßigen Aufschluß, sondern kann, da die auf der Skala verzeichneten Grade in keinem einfachen Verhältnisse zu dem Zuckergehalt verschiedener Lösungen stehen, zum Zwecke der wirklichen Gehaltsermittelung nur mit Hilfe von entsprechenden Tabellen benutzt werden. Es ist ein nicht rationelles, sogenanntes empirisches Aräometer. Während z. B. bei reinen Zuckerlösungen 25,0° Brix auch 25,0 Proz. Zucker bedeuten, so entsprechen 25,0° Baumé einem Gehalt von 45,0 Proz. Zucker.

Die Skala der gewöhnlichen Spindel für Flüssigkeiten, welche schwerer als Wasser sind, konstruierte Baumé derart, daß er die

[1]) Die zwischen den Graden von Balling und Brix vorhandenen geringen Unterschiede haben für die Praxis keine Bedeutung.

Kugel seines Instrumentes so stark mit Schrot belastete, bis es, in reines Wasser von Zimmertemperatur eingetaucht, fast bis zur Spitze einsank. Diesen Punkt bezeichnete er mit 0. Er senkte dann das Instrument in eine Lösung, welche 15 Proz. Kochsalz enthielt, und bezeichnete diesen Punkt mit 15. Den Zwischenraum teilte er in 15 gleiche Teile und setzte die Teilung nach unten in gleich große Grade fort (Fig. 27). Man erfährt somit bei Anwendung der Bauméspindel zunächst nur, ob eine Zuckerlösung von geringerer oder größerer Dichte, dünn oder konzentriert ist; die Dichte selbst oder Gehaltsprozente gibt sie nicht an.

Fig. 27.

Für feinere Bestimmungen oder für wissenschaftliche Zwecke ist dieses Aräometer nicht geeignet.

Bei allen aräometrischen Bestimmungen ist es durchaus erforderlich, daß die zu prüfenden Flüssigkeiten die sog. Normaltemperatur besitzen, d. h. diejenige, welche bei der Anfertigung und Justierung des betreffenden Instrumentes eingehalten worden ist. Es muß sich eine diesbezügliche Angabe stets auf der Skala verzeichnet finden.

Diese Normaltemperatur beträgt nach den von den Chemikerkongressen zu Wien und Paris (1898 und 1900) und demzufolge auch von der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen angenommenen Beschlüssen jetzt allgemein $+20^\circ$ C[1]).

Genaue Instrumente besitzen zum Zwecke solcher Temperaturbeobachtung während des Spindelns ein Thermometer im Innern der Spindel selbst, dessen Skala entweder, wie Fig. 28 zeigt, in dem dünnen Teile, dem Halse oder Stengel, neben der anderweitigen Einteilung, oder von dieser getrennt in dem unteren Gefäße des Aräometers angebracht worden ist (Fig. 30 a. S. 73). Beide Einrichtungen sind in den meisten Fällen natürlich nur für durchsichtige Flüssigkeiten geeignet.

Weicht die zur Untersuchung gelangte Flüssigkeit von der Normaltemperatur ab, so muß sie durch Abkühlen oder Anwärmen dahin gebracht werden. Man stellt das Gefäß, welches die Flüssigkeit enthält,

---

[1]) „Auf dem internationalen Chemikerkongreß zu Paris 1896 sind die Wärmegrade 15° C, 17,5° und 20° C als gleichberechtigte Normaltemperaturen angenommen. In Deutschland ist daraufhin von der Kaiserl. Normaleichungskommission, entsprechend den dringenden Wünschen der Zuckerchemiker, für die Saccharometer $+20^\circ$ C als Normaltemperatur und für die Dichte diejenige des Wassers bei seiner größten Dichte als Einheit festgesetzt worden." (Normaleichungsskommission, „Die Dichte usw. von Lösungen reinen Rohrzuckers in Wasser". Zeitschrift 1900, S. 997.) Vgl. auch: Protokoll der dritten Versammlung der oben gedachten internationalen Kommission zu Paris vom 24. Juli 1900. Zeitschrift 1900, S. 357. Als „Normaltemperatur" ist somit in dem ganzen Umfange dieses Buches, wenn nicht ausdrücklich anders bemerkt, eine solche von $+20^\circ$ C zu verstehen.

unter Einführung eines Thermometers in kaltes oder warmes Wasser und nimmt die Spindelung erst vor, wenn der gewünschte Temperaturgrad in der ganzen Flüssigkeitsmenge gleichmäßig erreicht ist.

Fig. 28.

Annähernd richtige, für technische Zwecke völlig ausreichende Zahlen erhält man auch, wenn man bei Temperaturabweichungen, sobald sie gewisse Grenzen nicht überschreiten, die an der Brixspindel abgelesene Zahl um einen gewissen Betrag berichtigt, bei niedrigerer Temperatur verkleinert, bei höherer Temperatur vergrößert.

Eine diesem Zwecke dienende Tabelle ist von Gerlach aufgestellt, von Stammer in vereinfachte Form gebracht, und findet sich auf S. 104, die Gebrauchsanweisung auf S. 103. Sie gilt allerdings, wie auch die nachstehend beschriebene Spindel, für die früher als Normaltemperatur angenommen gewesene Temperatur von + 17,5° C.

Um jene Tabelle entbehrlich zu machen, hat Volquartz [1]) eine „Brixspindel mit Korrektionsskala" konstruiert. Die Skala des in der Spindel befindlichen Thermometers läßt nämlich nicht Temperaturgrade, sondern gleich diejenigen Beträge ablesen, welche bei der jeweiligen Temperatur der geprüften Flüssigkeit zu den von der Spindel angezeigten Brixgraden zugezählt, oder (wenn unter 17,5° C) von ihr abgezogen werden müssen, um Angaben bei Normaltemperatur (17,5° C) zu erhalten.

Würde z. B. die Spindel in einer heißen Zuckerlösung (von etwa 50° C), wie Fig. 29 (a. f. S.) zeigt, bis zum Teilstriche 10,0 einsinken, also 10,0° Brix (Bx) anzeigen, während das Quecksilber des Thermometers gleichzeitig auf 2,7 sich stellt, so würde die Lösung bei 17,5° C einen Gehalt von 10,0 + 2,7 = 12,7° Brix haben.

Je nach Art und Zuckergehalt der zu spindelnden Flüssigkeit ist das Größenverhältnis der Korrektionsgrade zueinander verschieden, es müssen deshalb die Skalen für jede Spindel besonders und mit Hilfe der Gerlachschen Tabelle empirisch eingeteilt werden.

Leider wird die Volquartzsche Spindel noch immer für die Temperatur von + 17,5° C verlangt und demgemäß angefertigt, eine Umrechnung ihrer Angaben für die Normaltemperatur von 20° C kann aber leicht mittels der Tabelle III auf S. 104 bewerkstelligt werden.

Die Genauigkeit eines Aräometers ist um so größer, je dünner im Vergleich zu dem Volumen des ganzen In-

[1]) Volquartz, Zeitschrift 1896, S. 392.

strumentes die Röhre ist, welche die Skala einschließt. Die einzelnen Teilstriche der Skala werden dadurch weiter voneinander entfernt, wodurch die Sicherheit der Ablesung wächst.

Es ist bei dem Gebrauche des Aräometers unerläßlich, daß das Instrument frei schwimme und die Wände des Gefäßes, in dem man die Wägung vornimmt, nicht berühre. Man darf deshalb diese Gefäße, meist Glaszylinder, nicht zu eng wählen. Um eine senkrechte Stellung derselben herbeizuführen, stellt man sie, gefüllt, auf einen sog. Adjustiertisch, eine Holz- oder Messingplatte, mit drei Stellschrauben versehen, welche man in entsprechender Weise einseitig so lange höher oder niedriger schraubt, bis das Aräometer frei schwimmt und sein oberer Teil genau aus der Mitte der Flüssigkeitsoberfläche herausragt (Fig. 30). Das Einsenken der Spindel in die Flüssigkeit muß langsam und so vorsichtig geschehen, daß der über der Flüssigkeit verbleibende Teil nicht benetzt wird. Man liest auf der Skala in der Weise ab, daß man das Auge in gleicher Höhe mit der Oberfläche der Flüssigkeit bringt und dann diejenige Zahl nimmt, deren Teilstrich mit der Oberfläche eine gerade Linie bildet. Die Flüssigkeit zieht sich rings um den herausragenden Teil des Aräometers etwas in die Höhe, der hier erreichte Standpunkt kommt aber beim Ablesen nicht in Betracht. Man hätte demnach auf nachstehender, die Wirklichkeit absichtlich übertreibender Figur (Fig. 31) 20°, nicht etwa 17° abzulesen.

Fig. 29.

8

17

Die Zylinder nimmt man reichlich hoch, da das Aräometer selbst bei tiefstem Einsinken den Boden nicht berühren darf, selbstverständlich müssen beide vor dem Gebrauche rein und völlig trocken gehalten werden oder doch mit der zu prüfenden Flüssigkeit mehrfach ab- und ausgespült sein. Man füllt die Zylinder bis zu einer solchen Höhe, daß das Aräometer bequem einzusenken ist und daß die Flüssigkeit (bei schaumfreien Lösungen) nicht überfließt.

Die letztgenannte Unannehmlichkeit kann durch Verwendung von Zylindern, wie sie nach Angabe von Winter hergestellt, die Fig. 32 (S. 74) zeigt, vermieden werden. Von dem um den Kopf des Zylinders angeschmolzenen Behälter wird alle überfließende oder durch das Aräometer hinausgedrängte Flüssigkeit aufgenommen, so daß eine Verunreinigung des Zylinders selbst oder des Arbeitstisches ausgeschlossen ist.

Die Pyknometerwägung. Eine andere Methode zur Bestimmung der Dichte ist die Wägung mittels des Pyknometers. Sie ist sehr genau und namentlich da anzuwenden, wo man von der zu prüfenden Flüssigkeit nicht eine genügende Menge besitzt, um die Dichte mittels der Spindel ermitteln zu können.

Man kann für viele Bestimmungen technischer Art als Pyknometer ein reines und vollkommen trockenes 50-ccm-Kölbchen benutzen.

Fig. 30.

Man wägt (tariert) dasselbe auf einer guten, hinreichend genauen Wage, füllt bis zur Marke mit der betreffenden :keit, welche die Normaltemperatur n muß, und wägt wieder. Das

Fig. 31.

durch 50 dividierte oder das verdoppelte und durch 100 dividierte Gewicht des Inhaltes ist gleich der Dichte desselben.

Beispiel: Es wiege:

50-ccm-Kölbchen mit Zuckerlösung	69,894 g,
50-ccm-Kölbchen rein und trocken	15,734 g,
mithin Gewicht von 50 ccm Zuckerlösung . .	54,160 g,

und deren Dichte:

$$\frac{54,160}{50} \text{ oder } \frac{54,160 \times 2}{100} = 1,0832.$$

Für sehr genaue Bestimmungen bedient man sich der in den Figuren 33 und 34 abgebildeten Fläschchen. Das erstere (Fig. 33) ist derart angefertigt und justiert, daß es nach dem Einsetzen des mit einem kleinen Thermometer versehenen hohlen und rings geschlossenen Glasstopfens genau einen Raum von 50,0 ccm[1]) einschließt. Zur Kontrolle der Richtigkeit wird zunächst das Gewicht des leeren und trockenen Gläschens ermittelt und dasselbe dann mit destilliertem Wasser von 20° C gefüllt. Beim Einsetzen des Thermometerstopfens tritt das überflüssige Wasser aus. Nach sorgfältigem Abtrocknen mit Fließpapier muß sich bei der abermaligen Wägung ein Mehrgewicht

Fig. 32. Fig. 33.

von genau 49,859 g[2]) herausstellen. Zur Ermittelung der Dichte, z. B. einer Zuckerlösung, füllt man diese in gleicher Weise wie das Wasser und bei gleicher Temperatur ein, reinigt und trocknet das Fläschchen rasch und sorgfältig außen ab und wägt. Die nach Abzug des Gewichts des leeren und trockenen Pyknometers verbleibende Zahl gibt, verdoppelt und durch 100 dividiert, sodann die Dichte der Flüssigkeit bei 20° C.

[1]) „Wahre“ oder „metrische“ Cubikcentimeter. Das Fläschchen würde die Bezeichnung tragen müssen „50 ccm $\frac{20^\circ}{4^\circ}$“, d. h. also, es faßt 50 ccm destilliertes Wasser von + 4° C und ist mit Wasser von 20° C ausgewogen.

[2]) Siehe die Anmerkung 2 auf S. 52. Der Raum von 100 wahren Cubikcentimetern wird ausgefüllt von 99,7174 g Wasser von 20° C in Luft mit Messinggewichten gewogen; also der Raum von 50 Cubikcentimetern von $\frac{99,7174}{2} = 49,859$ g Wasser von 20° C.

Beispiel:

Gewicht des Pyknometers mit Zuckerlösung . . . 90,838 g,
Gewicht des Pyknometers, rein und trocken . . . 31,572 g,
Gewicht von 50 ccm Zuckerlösung . . . . 59,266 g,

mithin ihre Dichte:

$$\frac{59{,}266 \times 2}{100} = 1{,}18532 \text{ bei } 20^0 \text{ C.}$$

Das Pyknometer, Fig. 34, besitzt eine etwas andere Einrichtung. Hier muß nach der Füllung des Gefäßes und nach dem Einsetzen des Thermometers *h*, welches, wie ersichtlich, eine Temperaturbeobachtung auch bei undurchsichtigen Substanzen gestattet, die Flüssigkeit bei + 20° C auf der Marke *m* des seitlichen, oben mit einem kleinen Stopfen verschließbaren Ansatzes *c* einstehen. Erst dann setzt man den Stopfen auf und wägt. Auch Pyknometer dieser Art können auf genau 50,0 ccm Wasserinhalt bei $\frac{20^0}{4^0}$ C justiert werden, häufig aber fassen sie wegen der Schwierigkeit der Herstellung solcher Gefäße von genau bestimmtem Inhalt ein etwas davon abweichendes Volumen, das durch sorgfältiges Auswägen zu ermitteln ist.

Fig. 34.

Hat sich bei der Kontrolle des einen oder des anderen derartigen Instrumentes eine unrichtige Justierung, eine wesentliche Abweichung im Gewichte des Wasserinhaltes bei der Normaltemperatur herausgestellt, oder ist, wie zumeist der Fall, ein bestimmter Rauminhalt überhaupt nicht vorgesehen worden, so wird bei Benutzung solcher Instrumente dann die oben angegebene einfache Berechnung etwas umständlicher.

Beispiel: Die Kontrolle des Pyknometers habe ergeben, daß dasselbe bei 20° C nicht 50,0 ccm, sondern nur 49,50 ccm Wasser faßt. Beträgt nun

das Gewicht des Pyknometers mit Zuckerlösung . . 90,245 g,
das Gewicht des Pyknometers, rein und trocken . . 31,572 g,
somit das Gewicht von 49,50 ccm Zuckerlösung . . 58,673 g,

so wäre anzusetzen 49,50 : 58,673 = 1,000 : x, und demnach auch hier

$$x = 1{,}18532,$$

das gesuchte spezifische Gewicht der untersuchten Lösung bei 20° C.

Die Pyknometerwägung in vorbeschriebener Art läßt das spezifische Gewicht der untersuchten Flüssigkeit finden, man wünscht aber in der großen Praxis meistens nicht diese Angabe zu haben, sondern die der ihr entsprechenden Grade der Brixspindel. Die Umrechnung ist an sich einfach, aber sie erfordert stets die Heranziehung von Tabellen, die nicht immer zur Hand sind und deren Benutzung einen gewissen Zeitaufwand beansprucht, den man meist gern vermeidet.

Eine pyknometrische Wägung, welche diese Forderung ausschließt und bei der man den Brixgrad der zu untersuchenden Flüssigkeit sofort von den auf die Wagschale gelegten Gewichtsstücken abliest, hat Kovár angegeben [1]).

Diese äußerst sinnreiche, namentlich in Österreich viel verbreitete Methode beruht auf folgenden Erwägungen:

Würde man genau 100 ccm einer Flüssigkeit in einem Pyknometer auf der Wage wiegen können, so würde ihr Gewicht, durch 100 dividiert, auch das spezifische Gewicht angeben. Wäre beispielsweise dieses Gewicht = 138,287 g, so wäre das spezifische Gewicht 1,38287.

Dieses Abwägen von genau 100 ccm gelingt aber nur, wenn man ein diesen Fassungsraum ganz genau besitzendes Pyknometer benutzt und bei dünnflüssigen Lösungen, deren Meniskus genau auf die Marke eingestellt werden kann. Es gelingt nicht bei dickflüssigen Substanzen und bei gewöhnlichen Pyknometern, welche fast immer kleine Abweichungen gegen 100 ccm aufweisen. In solchen Fällen führt erst eine umständliche Rechnung zum Ziele.

Ein Pyknometer fasse z. B. bei 20° C anstatt 100,0 ccm nur 99,7 ccm, und das Gewicht der in diesem Raume befindlichen Flüssigkeit sei 103,792 g, so ist ihr spezifisches Gewicht nicht 1,03792, sondern $\frac{103{,}792}{99{,}7} = 1{,}04101$. Um diesen letzteren Betrag von den auf der Wagschale befindlichen Gewichtsstücken ohne weiteres ablesen zu können, müßte man zu dem Gewichte 103,792 g noch das Gewicht der an 100 ccm fehlenden 0,3 ccm Flüssigkeit hinzufügen, dessen Betrag aber nicht sofort erkennbar ist, sondern erst berechnet werden müßte.

Die in den Zuckerfabriken zur Untersuchung gelangenden Säfte und Sirupe lassen sich nun in zwei Gruppen einteilen. Die der ersten Gruppe — Rübenrohsäfte, Diffusions- und Saturationssäfte — haben eine Dichte von etwa 1,040 bis 1,080 (= 10 bis 25° Brix), die der zweiten Gruppe — Abläufe und Melassen — eine solche von etwa 1,370 bis 1,485 (= 75 bis 92° Brix). (Dicksäfte und Füllmassen

[1]) Johann Kovár, Zeitschr. f. Zuckerindustrie in Böhmen, Heft 2, 1901, und Privatmitteilung an den Verfasser vom August 1906.

können zunächst in keine der beiden Gruppen, durch geeignete Verdünnung aber in die erste Gruppe eingestellt werden.) Nimmt man als Mittel der Dichte der ersten Gruppe: $\frac{1,04 + 1,08}{2} = 1,06$, als das der zweiten: $\frac{1,370 + 1,485}{2} = 1,4275$ und ferner eine Pyknometerabweichung gegen volle 100,0 ccm von z. B. 0,3 ccm, so erhält man durch Multiplikation jener beiden Mittelwerte mit 0,3 zwei Zahlen, welche, als Konstanten für dieses Pyknometer, dem jeweils auf der Wage gefundenen Gewichte hinzugezählt, das gesuchte spezifische Gewicht fast ganz genau ergeben. Diese Konstanten sind: $1,06 \times 0,3 = \mathbf{0,31800}$ und $1,4275 \times 0,3 = \mathbf{0,42825}$.

Fügt man den Betrag 0,318 dem Gewichte der oben als Beispiel gewählten in dem Pyknometer befindlichen Flüssigkeit, die zu der ersten Gruppe gehört, hinzu, so erhält man: $103,792 + 0,318 = 104,110$, und durch Division mit 100 eine Dichte von 1,04110, eine Zahl, welche mit der oben berechneten = 1,04101 fast genau übereinstimmt. Dieser Dichte entsprechen in beiden Fällen 10,7° Brix.

Hätte man, um auch ein Beispiel aus der zweiten Gruppe zu nehmen, bei Benutzung desselben Pyknometers das Gewicht von 99,7 ccm Melasse zu 135,688 gefunden, so würde die Dichte derselben bei 20° C $\frac{135,688}{99,7} = 1,36096$ sein, während nach Kovárs Methode $\frac{135,688 + 0,42825}{100} = 1,36116$ sich berechnen würde. Beiden, fast ganz gleichen Zahlen entspricht ein Gehalt von 72,2° Brix[1]).

Um nun schließlich auch diese Rechnung zu umgehen, die Zahlen für die Dichte ganz auszuschalten und ohne weiteres von den auf die Wagschale gelegten Gewichtsstücken die Brixgrade der geprüften Flüssigkeit ablesen zu können, hat Kovár besondere Gewichte hergestellt, die er „saccharimetrische Gewichte" nennt. Dieselben tragen Zahlen, die nicht Gramme, sondern ganze Grade, Zehntel- und Hundertstelgrade Brix bedeuten, und zwar gibt es einen Gewichtssatz für Flüssigkeiten von 10 bis 24° Brix und einen anderen

---

[1]) Der Unterschied zwischen dem so berechneten und dem tatsächlich vorhandenen Betrage für spezifisches Gewicht ist natürlich um so größer, je mehr der Inhalt des Pyknometers von 100 ccm sich entfernt und je mehr die Dichte der untersuchten Flüssigkeit von dem oben angegebenen Durchschnittswerte für die Dichte der betreffenden Gruppe abweicht. Bei den für diese Methode besonders hergestellten Pyknometern beträgt aber eine solche Abweichung von 100 ccm niemals mehr als 0,3 ccm und bei diesem Verhältnis und bei den von der angenommenen Dichte am meisten sich entfernenden Säften und Abläufen stellt sich die Fehlangabe nach Kovárs Berechnung bei der Dichte der ersten Gruppe auf ± 0,00006, bei der zweiten auf ± 0,00017 oder auf 0,015°, bzw. 0,03° Brix, kann also vollständig vernachlässigt werden.

für solche von 70 bis 92° Brix bei 20° C. Zu jedem Pyknometer gehört außerdem ein Taragewicht für das Gefäß in reinem und trockenem Zustande. Fig. 35 und 36 zeigen diese beiden Gewichtssätze. Jeder ist in sich für leichtere und schwerere Flüssigkeit der betreffenden Gruppe in zwei Hälften geteilt und um jede Verwechslung der zueinander gehörenden Glieder der Hälfte der einen Gruppe mit denen der Hälfte der anderen Gruppe zu vermeiden, sind die Gewichtsstücke der ganzen Brixgrade für leichtere Flüssigkeiten (Fig. 35) vernickelt, für schwerere

Fig. 35.

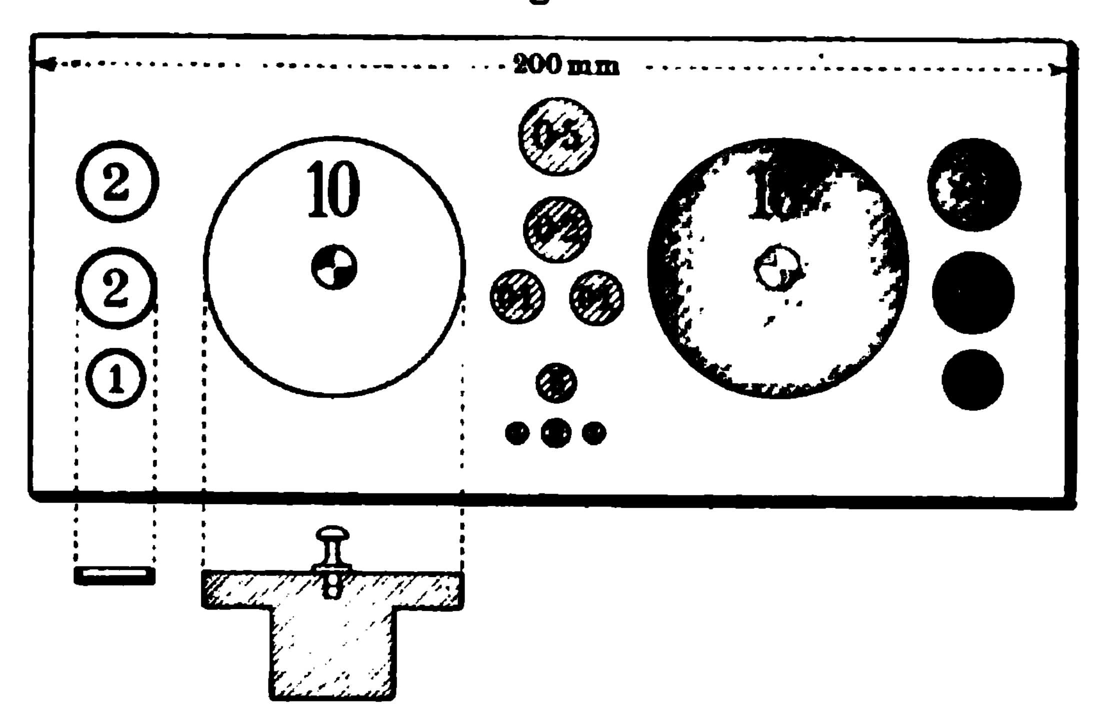
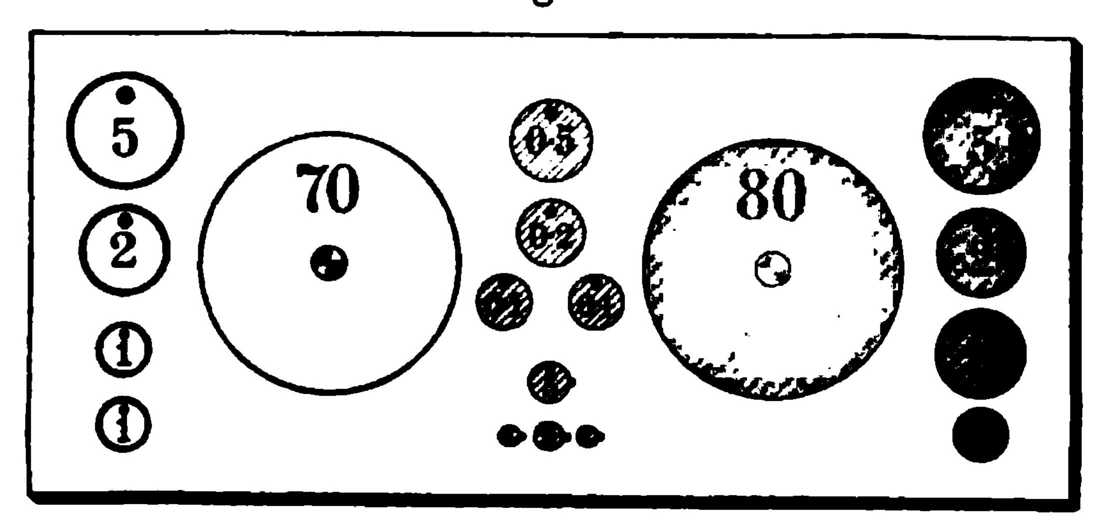


Fig. 36.



Flüssigkeiten (Fig. 36) vergoldet. Die Gewichtsstücke für Zehntel- und Hundertstelgrade sind in beiden Hälften gemeinsam und aus Aluminium gefertigt [1]).

Beim Gebrauch wird das Pyknometer vorschriftsmäßig mit der zu prüfenden Flüssigkeit gefüllt und auf die Wagschale einer guten chemisch-technischen Wage gebracht, während man die andere Schale mit dem Taragewicht und mit so viel einzelnen Stücken des für die

[1]) Wegen der Ableitung der Gewichtsgrößen selbst muß auf die Originalabhandlung verwiesen werden. Um die kleineren Gewichtsstücke der beiden Gewichtssätze voneinander zu unterscheiden, sind diejenigen des Gewichtssatzes für Flüssigkeiten von 70 bis 92° Brix sämtlich, wie auch aus Fig. 36 ersichtlich, mit einem Loch versehen. Die mit enger Schraffierung abgebildeten Teile stellen die vergoldeten Gewichtsstücke vor.

betreffende Flüssigkeitsgruppe bestimmten Gewichtssatzes belastet, bis das Gleichgewicht beider Schalen hergestellt ist. Die Summe der auf den Gewichtsstücken eingeprägten Zahlen ist dann der gesuchte Brixgrad.

Beispiel. Eine zähe Melasse von anscheinend hohen Brixgraden ist zu untersuchen, und es ist demgemäß der Gewichtssatz Fig. 36 zu benutzen. Zum Gewichtsausgleich dem gefüllten Pyknometer gegenüber sind, neben dem Taragewicht, erforderlich das mit „80" bezeichnete (vergoldete) Gewichtsstück, ferner die dazugehörigen, sämtlich mit Loch versehenen, mit „2" und „1" bezeichneten vergoldeten Stücke, und die mit „0,2", mit „0,1" und mit „5" bezeichneten Aluminiumgewichtsstücke. Die Melasse würde danach einen Gehalt von 80 + 2 + 1 + 0,2 + 0,1 + 0,05 = 83,35° Brix bei 20° C besitzen.

Fig. 37.

Als Pyknometer für die erste Gruppe (10 bis 24° Brix) kann ein sorgfältig ausgewogenes 100-ccm-Kölbchen dienen, für die zweite Gruppe (70 bis 92° Brix) empfiehlt Kovár ein Kölbchen von nebenstehender Form (Fig. 37), das genau bis zu dem abgeschliffenen Rande gefüllt und abgestrichen wird, so daß der Rand und die Oberfläche der Füllung eine gerade Linie bilden [1]).

In genauer und schneller Weise, zugleich mit verhältnismäßig geringen Mengen der zu prüfenden Substanz, läßt sich die Dichte jeder Art von Flüssigkeiten, sobald sie nicht zähflüssig sind, durch die von Westphal verbesserte und vereinfachte Mohrsche hydrostatische Wage ermitteln.

Die Anwendung derselben gründet sich auf das physikalische Gesetz, daß die Gewichtsverluste, welche ein und derselbe Körper beim Eintauchen in verschiedene Flüssigkeiten erleidet, in demselben Verhältnisse stehen wie die spezifischen Gewichte derselben. Die Einrichtung dieser Wage und ihr Gebrauch ist aus Fig. 38 ersichtlich. Der auf einer feinen Schneide im Achsenlager H ruhende Balken befindet sich im Gleichgewichte, wenn das aus einem kleinen Thermometer gebildete Senkkörperchen mittels eines sehr feinen Platindrahtes in der aus der Figur ersichtlichen Weise, aber in der Luft frei schwebend

[1]) Pyknometer nebst Taragewicht sowie die Gewichtssätze zu dieser Bestimmungsmethode sind dem Erfinder Kovár und dem Fabrikanten Frič in Prag gemeinsam patentiert.

aufgehängt worden ist. Sein Gegengewicht an dem anderen Balkenarme bildet die daselbst befindliche Verstärkung K, und hierhin ist auch die Zunge der Wage verlegt.

Die Wage steht ein, wenn sich die bei K befindliche Spitze genau der Spitze J am Stativ gegenüber befindet. Es ist dazu erforderlich, daß der Fuß der Wage vollständig horizontal steht. Mittels der bei S

Fig. 38.

im Verein mit zwei entsprechend gestellten Füßen angebrachten Schraube, welche den Adjustiertisch entbehrlich macht, läßt sich das leicht erreichen.

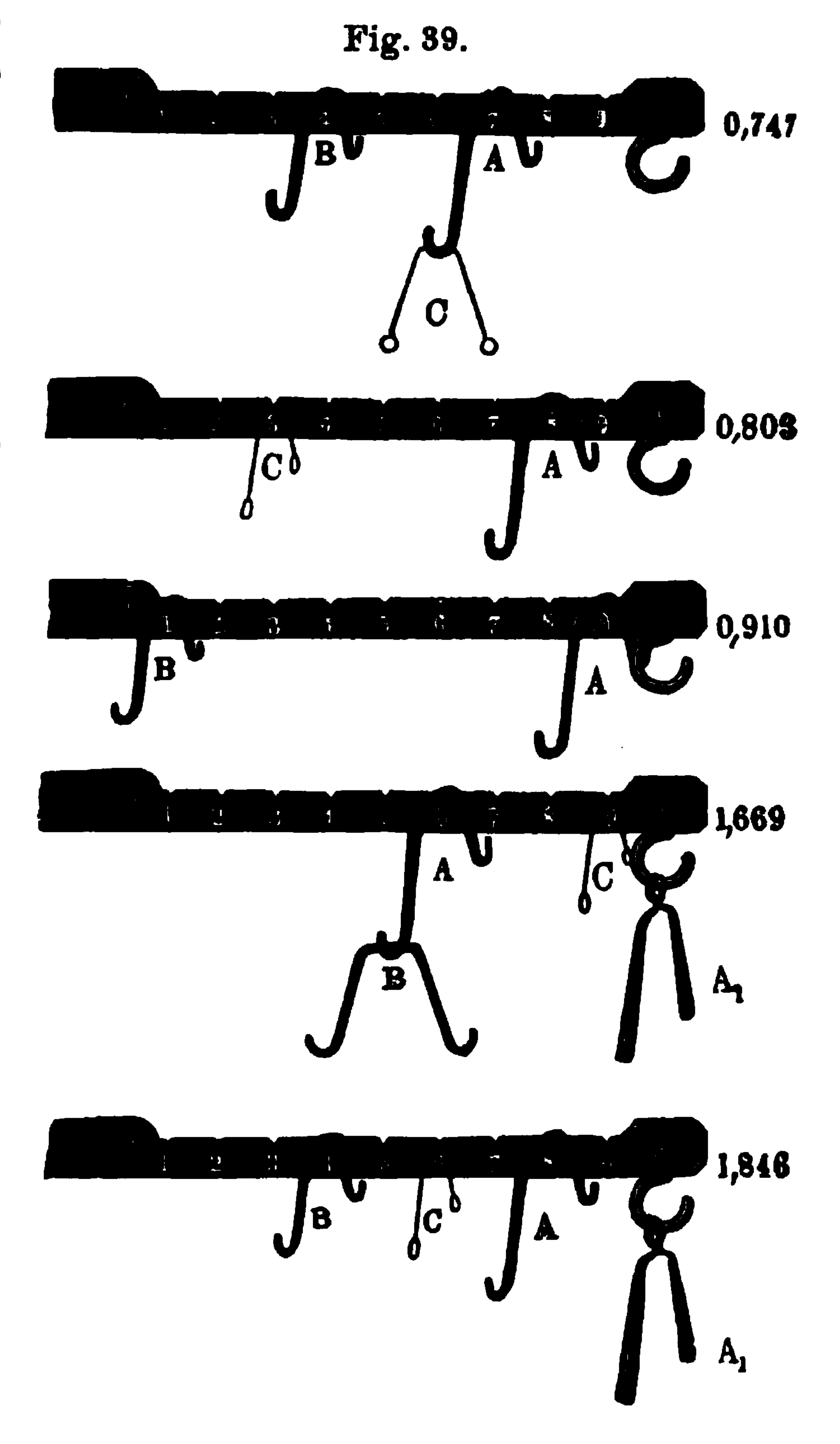
Zur Ermittelung der Dichte einer Flüssigkeit läßt man den Thermometersenkkörper, mit dem zugleich die Richtigkeit der Temperatur der zu prüfenden Flüssigkeit kontrolliert wird, in der aus der Figur ersichtlichen Weise in die Flüssigkeit eintauchen und gleicht den dadurch entstehenden Gewichtsverlust durch Aufsetzen bzw. Einhängen der beigegebenen Reitergewichte aus.

Die beiden größten derselben, A und A_1, Fig. 38, sind je gleich dem Gewichte des durch den Senkkörper verdrängten, destillierten Wassers von 20° C, B ist $= {}^1/_{10}$ von A, $C = {}^1/_{100}$ von A, und in

eine der Einkerbungen des Balkens gehängt, zeigen dieselben so viel Zehntel bzw. Hundertstel an, als die Ziffer der Einkerbung beträgt. Unter Umständen wird auch noch ein Reitergewicht für die Tausendstel, also für die vierte Dezimalstelle, mitgegeben.

Senkt man den Körper in destilliertes Wasser von Normaltemperatur, so steht die dadurch aus dem Gleichgewichte gebrachte Wage wieder ein, wenn das Gewicht A_1 in der auf Fig. 38 angegebenen Weise angehängt worden ist. Die Wage zeigt alsdann 1,000, die Dichte des Wassers.

Fig. 39.



Man wird demnach bei allen Flüssigkeiten, welche schwerer als Wasser sind, zunächst das Gewicht A_1 einhängen müssen und erst dann den weiteren Ausgleich mit den anderen, die folgenden Dezimalen ergebenden Gewichten suchen.

Bei Flüssigkeiten, welche ein geringeres spezifisches Gewicht als Wasser besitzen, bleibt A_1 fort und man erhält dann 0, ... , je nach der Einhängung der anderen Gewichte.

Die Fig. 39 zeigt einige Beispiele, welche die Art und Weise der Belastung des Balkens und des Gebrauches der Reitergewichte veranschaulichen.

Eine besondere Beachtung beansprucht die Einsenkungstiefe des Thermometers, da bei verschieden tiefer Stellung desselben erhebliche Ungleichheiten sich ergeben. Westphal hat bei Justierung seiner Instrumente stets festgehalten, daß „nicht allein die Drahtdrehung, sondern noch ein dieser Drehung gleich langes Stück einfachen Drahtes sich in der Flüssigkeit befindet“. Diese Einsenkungstiefe, wie sie die Fig. 38 ersichtlich macht, ist demnach bei jedem Gebrauche der Wage einzuhalten. Vermöge der Einrichtung, den oberen Teil der Wage höher oder niedriger — mittels der Schraube P (Fig. 38) — stellen zu können, ist diese Anforderung leicht zu erfüllen. Die letzten Unterschiede gleicht man schließlich durch Unterschieben von Kartenblättern unter den Zylinder aus.

Nach dem Gebrauche reinigt man den Senkkörper und den sehr behutsam zu behandelnden Platindraht am besten durch Einlegen in eine mit Wasser gefüllte Schale. Man trocknet durch vorsichtiges Andrücken von Filtrierpapier.

Der von Reimann zu der Westphalschen Wage ersonnene Thermometersenkkörper ist durch sorgfältiges Abschleifen eines an seinem unteren Ende befindlichen massiven Glasansatzes (s. Fig. 38) so justiert, daß durch sein Volumen, seine Raumgröße, genau 5,0 g destilliertes Wasser von + 20° C verdrängt werden und daß sein Gewicht unter 15 g beträgt. Durch ein am oberen Ende des Platindrahtes als Gewichtsausgleich angebrachtes Messingstück, welches zugleich den Ring zum Anhängen trägt, wird das Gesamtgewicht des Senkkörpers einschließlich Draht und Messingbeschwerung stets auf genau 15 g gebracht.

Auf diese Weise ist für den Thermometersenkkörper eine Normalgröße und eine Normalschwere festgestellt, und nach einem Zerbrechen desselben kann leicht Ersatz geschafft werden, ohne daß eine Änderung des Gegengewichtes am Wagebalken, also eine Neujustierung der Wage erforderlich wäre. Die allen diesen Senkkörpern gleichmäßig gegebene Raumgröße bedingt aber auch nicht nur völlige Gleichheit der einzelnen Reitergewichtssätze aller solcher Wagen unter sich, sondern auch die genaue Übereinstimmung derselben mit den gewöhnlichen Grammgewichtssätzen der analytischen Wagen. Da der Thermometerkörper genau 5,0 g Wasser verdrängt, so muß die Schwere der beiden Reitergewichte A und A' (Fig. 38) auch je 5,0 g betragen, B muß = 0,5 g, C = 0,05 g wiegen. Die Reitergewichte sind mithin bei dem Verlust des einen oder des anderen leicht zu ersetzen.

Durch dieses Gewichtsverhältnis ist es nun auch ermöglicht, die Dichte von Flüssigkeiten unter Benutzung des Reimannschen Senkkörpers auf jeder hinreichend genauen, d. h. noch 0,01 g anzeigenden, gleichschenkeligen, analytischen Wage vermittelst des gewöhnlichen Grammgewichtssatzes ermitteln zu können. Man verfährt dabei folgendermaßen: An den oberen Haken der einen Wagschale wird frei schwebend der Thermometerkörper angebracht, die andere Wagschale mit dem bekannten Gewicht desselben = 15,0 g belastet. Die Wage steht dann genau ein. Taucht man nun den Senkkörper in der oben bei Betrachtung der Westphalschen Wage beschriebenen Weise in destilliertes Wasser von + 20° C ein, während der die Flüssigkeit enthaltende kleine Glaszylinder durch eine geeignete Vorrichtung, eine mit drei Füßen versehene, über die Wagschale gestellte Brücke so gehalten wird, daß die Schwingungen der Wage nicht behindert sind (s. auch Fig. 41), so erleidet der Senkkörper einen Gewichtsverlust von 5,0 g, d. h. um so viel, wie das von ihm verdrängte Wasser wiegt. Man hat somit, um das gestörte Gleichgewicht der Wage wieder herzustellen, die betreffende Schale mit 5,0 g mehr zu belasten und findet dann das spezifische Gewicht des Wassers, wenn man das hinzugefügte Gewicht durch 5 divi-

diert (oder mit 2 multipliziert und das Komma um eine Stelle nach links rückt) $= \frac{5,0}{5} = 1,000$.

Würde nun beispielsweise der Glaszylinder anstatt mit Wasser mit einer reinen Zuckerlösung von 45,5 Proz. gefüllt, so würden nunmehr 6,026 g zur Gewichtsgleichung nötig werden und die Dichte dieser Flüssigkeit bei + 20° C zu

$$\frac{6,026}{5} \left(\text{oder } \frac{6,026 \times 2}{10}\right) = 1,2052$$

ermittelt worden sein [1]).

Fig. 40.

Dem Thermometerkörper von Reimann haftet der Übelstand an, daß er bei der Untersuchung undurchsichtiger Flüssigkeiten eine Beobachtung der Temperatur am Senkkörper selbst nicht gestattet.

Es ist deshalb noch eines dritten Senkkörpers Erwähnung zu tun, welche auch diesem Umstande Rechnung trägt. Es ist dies der Senkkörper von Rumann nebst dazugehörigem Senkgefäß, wie ihn Fig. 40 und 41 zeigen. Hier bestehen die Senkkörper aus massiven Glaskörpern, deren Volumina durch Abschleifen genau auf bestimmte Größen nach Cubikcentimetern hergestellt werden. Es gibt demnach auch hier Eingramm-, Zweigramm- und Zehngrammkörper, welche beim Eintauchen je 1, 2 oder 10 ccm oder g Wasser verdrängen und deren Reitergewichte A und A' (Fig. 38) genau bzw. 1,0, 2,0 oder 10,0 g wiegen. Von einer bestimmten Schwere seiner Senkkörper hat Rumann Abstand genommen; die einschenkeligen Wagen sind entsprechend

[1]) Der Reimannsche Thermometerkörper ist patentiert. Neben dem oben beschriebenen „Fünfgrammkörper", welcher also bei 15 g Gewicht 5,0 g Wasser verdrängt, werden auch noch „Eingrammkörper" und „Zehngrammkörper" hergestellt. Jene besitzen eine Normalschwere von 5,0 g und verdrängen 1,0 g Wasser, diese wiegen 30 g und verdrängen 10,0 g Wasser. Demgemäß ergeben die bei dem Eingrammkörper zuzufügenden Gewichtsbeträge direkt das spezifische Gewicht der untersuchten Flüssigkeit, bei dem Zehngrammkörper muß eine Division der erhaltenen Zahl durch 10 stattfinden.

durch eine am Balken befindliche Verstärkung justiert, für die Benutzung des Senkkörpers an zweischenkeligen, analytischen Wagen werden besondere, zum Anhängen an die andere Schale eingerichtete Gegengewichte mitgegeben. Das Senkgefäß ist für Aufnahme eines kleinen Thermometers, entweder wie Fig. 40 zeigt, mit einer seitlichen Ausbauchung oder, weniger empfehlenswert (Fig. 41), mit einem beiderseits offenen Ansatz versehen [1].

Fig. 41.

Wie ersichtlich, taucht bei beiden Einrichtungen das Quecksilbergefäß des Thermometers tief ein, während die Skala erst außerhalb der Flüssigkeit beginnt, so daß die Temperaturbeobachtung auch undurchsichtiger Flüssigkeiten keine Schwierigkeiten bietet.

Nach dem Eintauchen des Glaskörpers in die Flüssigkeit regelt man seine Schwimmtiefe mittels der am oberen Ende des Drahtes befindlichen Rolle *R*, welche ein Auf- und Abwickeln und Feststellen desselben gestattet.

Die Methode Kovár, S. 76, läßt unmittelbar die Brixgrade der untersuchten Flüssigkeiten finden; ist aber nach einer der anderen beschriebenen Methoden zunächst das spezifische Gewicht oder die Dichte einer reinen Zuckerlösung festgestellt, so läßt sich aus der nachstehenden, von der Normaleichungskommission des

---

[1]) Die ursprünglich von Westphal seinen Wagen gegebenen Thermometersenkkörper fielen bei ihrer Herstellung bald etwas größer, bald etwas kleiner aus und infolgedessen gehörte zu jedem Senkkörper ein besonderer Wagebalken und ein besonderer, nur für ihn allein passender Gewichtssatz. Dieser Umstand, der beim Zerbrechen eines Senkkörpers die Umjustierung des Wagebalkens und die Beschaffung eines neuen Gewichtssatzes notwendig machte, ist durch Reimann und Rumann, wie ersichtlich, auf sinnreiche Weise vermieden.

Deutschen Reiches veröffentlichten Tabelle I[1]) der jenem Betrage entsprechende Prozentgehalt der Lösung an reinem Zucker, oder — was als gleichbedeutend gilt — die Angabe der „Grade Brix" dieser Flüssigkeit ohne weitere Rechnung ablesen.

Der Gebrauch der Tabelle ist leicht verständlich. Die „Rohrzuckerprozente" oder „Grade Brix" sind in der ersten, senkrechten Spalte links, die dazu gehörigen Zehntel in der obersten wagerechten Spalte aufzusuchen. Im Schnittpunkte der von diesen beiden Zahlen gezogenen Linien trifft man die ihnen entsprechende Angabe für das spezifische Gewicht. Einem Gehalte von 10,0 Proz. Rohrzucker oder 10 Graden Brix entspricht z. B. eine Dichte von 1,038143, einem Gehalte von 10,5 Proz. eine Dichte von 1,040212 der betreffenden reinen Lösung; einer Dichte von 1,325484 (S. 90) entspricht ein Gehalt an Zucker von 66,5 Proz. oder 66,5° Brix (Bx).

Die Tabelle ist, wie ersichtlich, für die Normaltemperatur von + 20° C unter Zugrundelegung der wahren Dichte des Wassers bei + 4° C berechnet.

In der großen Praxis ereignet sich nun aber häufig der Fall, daß Lösungen zu spindeln sind, welche die Temperatur von + 20° C nicht besitzen, ohne daß Zeit und Gelegenheit vorhanden ist, sie erst durch Abkühlen oder Anwärmen dahin zu bringen.

Mit Rücksicht hierauf hat die Kaiserliche Normaleichungskommission eine weitere Tabelle berechnet, welche, zunächst nur für gewisse steueramtliche Zwecke bestimmt und demgemäß nur die Grade von 10° bis 50° Brix umfassend, die Umrechnung derselben von den Temperaturen von + 10° bis 29° C auf solche von + 20° C leicht ohne Rechnung ersehen läßt.

Diese Umrechnungstabelle findet sich bei der Untersuchung der Melassen abgedruckt. Bei Untersuchung von Flüssigkeiten von Graden Brix unter 10° oder solchen über 50° ist es, wenn sie die Normaltemperatur nicht besitzen, am einfachsten, sie durch Einstellen in Wasser von + 20° C auf diesen Wärmegrad zu bringen, um jeder Umrechnung überhoben zu sein.

Anschließend an die Tabelle I findet sich im nachstehenden auch die ältere, in den früheren Auflagen dieses Buches enthaltene, von Mategczek und Scheibler[2]) berechnete Vergleichstabelle II

---

[1]) Normaleichungskommission: „Die Dichte, Ausdehnung und Kapillarität von Lösungen reinen Rohrzuckers in Wasser." Zeitschrift 1900, S. 1123.

[2]) Zeitschrift 1865, S. 580; 1874, S. 827.

Unter den tatsächlichen Verhältnissen ist nicht anzunehmen, daß die ausschließliche Einführung der durch die neuen Grundlagen bedingten Tabelle I sich überall schnell vollzieht. Die an manchen Stellen noch vorhandenen älteren, für die nun verlassene Temperatur von 17,5° C hergestellten Meßgeräte und mit ihnen die alten Tabellen werden vermutlich noch lange nicht verschwinden. Aus diesem Grunde hat sich der Verfasser nicht entschließen können, die alte Tabelle II schon jetzt an dieser Stelle wegfallen

wieder abgedruckt, welche neben den Graden nach Brix auch die entsprechenden Grade der Baumé-Spindel angibt und deren Angaben sich auf die Temperatur von + 17,5° C beziehen. (Ablesungen bei anderen Temperaturen bedürfen einer Korrektion nach Tabelle III, S. 104.)

Die Tabelle II gibt, wie ersichtlich, in den mit „Grade Baumé" überschriebenen beiden Spalten zweierlei Werte an, und zwar sog. „neue" und „alte" Grade, deren Unterschied bei den niederen Graden gering ist, bei den höheren schließlich bis zu 1° steigt, um welchen Betrag die „alten" Grade geringer ausfallen als die „neuen".

Bereits im Jahre 1870 hat Gerlach[1]) die Unrichtigkeit derjenigen arithmetischen Formel nachgewiesen, welche seinerzeit von Brix[2]) benutzt worden war, um die Zahlenwerte für „spezifisches Gewicht" in „Grade Baumé", behufs Herstellung einer Vergleichstabelle beider Werte, umzurechnen.

Aus dieser veralteten, von Brix herrührenden Tabelle stammen die sog. „alten" Grade Baumé" her, welche also nachgewiesenermaßen unrichtig sind.

Auf Grund der von Gerlach damals aufgestellten neuen Umrechnungsformel, welche die früher gemachten Ungenauigkeiten vermied, sind nun später von Mategczek und Scheibler neue Vergleichstabellen ausgerechnet worden, und die in diesen Tabellen verzeichneten Angaben für „Grade Baumé" nennt man deshalb „neue" Grade. Sie haben vor den „alten" den Vorzug der Richtigkeit.

Der Handel hat an der allbekannten Unrichtigkeit der „alten" Grade trotzdem keinen Anstoß genommen und verlangt bei den Handelsanalysen von Melassen die bezüglichen Angaben noch immer als „alte Grade" ausgedrückt. Aus diesem Grunde haben die „alten Grade" in der Tabelle II auch jetzt noch nicht übergangen werden können[3]).

---

zu lassen. — Bei Benutzung der neuen Tabelle I werden die ermittelten Brixgrade etwas höher, die scheinbaren Quotienten somit etwas niedriger ausfallen. Einem spezifischen Gewicht von 1,1764 entsprechen z. B. nach der alten Tabelle 39,4° Bx, nach der neuen 40,0° Bx. Ist das spezifische Gewicht von Melassen zu ermitteln und in Brix- oder Baumégraden anzugeben, so würde einem spezifischen Gewichte von 1,409061 nach der neuen Tabelle 79,6° Brix (oder 42,1° Bé [alte Grade]), nach der alten Tabelle 79,0° Brix (oder 41,8° Bé [alte Grade]) entsprechen.

[1]) Zeitschrift 1870, S. 706.

[2]) Daselbst 1854, S. 304.

[3]) „Die Beschlüsse der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker, festgestellt in der Versammlung zu Prag am 15. Juni 1908", schreiben bei der Untersuchung der Melassen und Osmosewässer vor, daß als deren Dichte auf dem „Zertifikat" außer den Ballinggraden „sowohl die neuen, als auch die alten Baumégrade" anzugeben sind. (Österr.-ungar. Zeitschr. f. Zuckerindustrie u. Landwirtschaft 1908, S. 579.)

Tabelle I

zur Bestimmung der wahren Dichte reiner Rohrzuckerlösungen aus dem Prozentgehalt[1]).

Rohrzucker-prozente = Grade Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Wahre Dichte bei + 20° C für die nebenstehenden Ganzen- und obenstehenden Zehntel-Rohrzuckerprozente. Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.									
0	0,998234	0,998622	0,999010	0,999398	0,999786	1,000174	1,000563	1,000952	1,001842	1,001731
1	1,002120	1,002509	1,002897	1,003286	1,003675	1,004064	1,004453	1,004844	1,005234	1,005624
2	1,006015	1,006405	1,006796	1,007188	1,007580	1,007972	1,008363	1,008755	1,009148	1,009541
3	1,009934	1,010327	1,010721	1,011115	1,011510	1,011904	1,012298	1,012694	1,013089	1,013485
4	1,013881	1,014277	1,014673	1,015070	1,015467	1,015864	1,016261	1,016659	1,017058	1,017456
5	1,017854	1,018253	1,018652	1,019052	1,019451	1,019851	1,020251	1,020651	1 021053	1,021454
6	1,021855	1,022257	1,022659	1,023061	1,023463	1,023867	1,024270	1,024673	1,025077	1,025481
7	1,025885	1,026289	1,026694	1,027099	1,027504	1,027910	1,028316	1,028722	1,029128	1,029535
8	1,029942	1,030349	1,030757	1,031165	1,031573	1,031982	1,032391	1,032800	1,033209	1,033619
9	1,034029	1,034439	1,034850	1,035260	1,035671	1,036082	1,036494	1,036906	1,037318	1,037730
10	1,038143	1,038556	1,038970	1,039383	1,039797	1,040212	1,040626	1,041041	1,041456	1,041872
11	1,042288	1,042704	1,043121	1,043537	1,043954	1,044370	1,044788	1,045206	1,045625	1,046043
12	1,046462	1,046881	1,047300	1,047720	1,048140	1,048559	1,048980	1,049401	1,049822	1,050243
13	1,050665	1,051087	1,051510	1,051933	1,052356	1,052778	1,053202	1,053626	1,054050	1,054475
14	1,054900	1,055325	1,055751	1,056176	1,056602	1,057029	1,057455	1,057882	1,058310	1,058737
15	1,059165	1,059593	1,060022	1,060451	1,060880	1,061308	1,061738	1,062168	1,062598	1,063029
16	1,063460	1,063892	1,064324	1,064756	1,065188	1,065621	1,066054	1,066487	1,066921	1,067355
17	1,067789	1,068223	1,068658	1,069093	1,069529	1,069964	1,070400	1,070836	1,071273	1,071710
18	1,072147	1,072585	1,073023	1,073461	1,073900	1,074338	1,074777	1,075217	1,075657	1,076097
19	1,076537	1,076978	1,077419	1,077860	1,078302	1,078744	1,079187	1,079629	1,080072	1,080515

[1]) Kaiserliche Normaleichungskommission. Zeitschrift des Vereins Deutscher Zuckerindustrie 1900, S. 1123.

Tabelle I. (Fortsetzung.)

Rohrzucker-prozente = Grade Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Wahre Dichte bei + 20° C für die nebenstehenden Ganzen- und obenstehenden Zehntel-Rohrzuckerprozente. Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.									
20	1,080959	1,081403	1,081848	1,082292	1,082737	1,083182	1,083628	1,084074	1,084520	1,084967
21	1,085414	1,085861	1,086309	1,086757	1,087205	1,087652	1,088101	1,088550	1,089000	1,089450
22	1,089900	1,090351	1,090802	1,091253	1,091704	1,092155	1,092607	1,093060	1,093513	1,093966
23	1,094420	1,094874	1,095328	1,095782	1,096236	1,096691	1,097147	1,097603	1,098058	1,098514
24	1,098971	1,099428	1,099886	1,100344	1,100802	1,101259	1,101718	1,102177	1,102637	1,103097
25	1,103557	1,104017	1,104478	1,104938	1,105400	1,105862	1,106324	1,106786	1,107248	1,107711
26	1,108175	1,108639	1,109103	1,109568	1,110033	1,110497	1,110963	1,111429	1,112895	1,112361
27	1,112828	1,113295	1,113863	1,114229	1,114697	1,115166	1,115635	1,116104	1,116572	1,117042
28	1,117512	1,117982	1,118453	1,118923	1,119395	1,119867	1,120339	1,120812	1,121284	1,121757
29	1,122231	1,122705	1,123179	1,123653	1,124128	1,124603	1,125079	1,125555	1,126030	1,126507
30	1,126984	1,127461	1,127939	1,128417	1,128896	1,129374	1,129853	1,130332	1,130812	1,131292
31	1,131773	1,132254	1,132735	1,133216	1,133698	1,134180	1,134663	1,135146	1,135628	1,136112
32	1,136596	1,137080	1,137565	1,138049	1,138534	1,139020	1,139506	1,139993	1,140479	1,140966
33	1,141453	1,141941	1,142429	1,142916	1,143405	1,143894	1,144384	1,144874	1,145363	1,145854
34	1,146345	1,146836	1,147328	1,147820	1,148318	1,148805	1,149298	1,149792	1,150286	1,150780
35	1,151275	1,151770	1,152265	1,152760	1,153256	1,153752	1,154249	1,154746	1,155242	1,155740
36	1,156238	1,156736	1,157235	1,157783	1,158233	1,158733	1,159233	1,159733	1,160233	1,160734
37	1,161236	1,161738	1,162240	1,162742	1,163245	1,163748	1,164252	1,164756	1,165259	1,165764
38	1,166269	1,166775	1,167281	1,167786	1,168293	1,168800	1,169307	1,169815	1,170322	1,170831
39	1,171340	1,171849	1,172359	1,172869	1,173379	1,173889	1,174400	1,174911	1,175423	1,175935

Tabelle I. (Fortsetzung.)

Rohrzucker-prozente = Grade Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Wahre Dichte bei + 20° C für die nebenstehenden Ganzen- und obenstehenden Zehntel-Rohrzuckerprozente. Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.									
40	1,176447	1,176960	1,177473	1,177987	1,178501	1,179014	1,179527	1,180044	1,180560	1,181076
41	1,181592	1,182108	1,182625	1,183142	1,183660	1,184178	1,184696	1,185215	1,185734	1,186253
42	1,186773	1,187293	1,187814	1,188335	1,188856	1,189379	1,189901	1,190423	1,190946	1,191469
43	1,191993	1,192517	1,193041	1,193565	1,194090	1,194616	1,195141	1,195667	1,196193	1,196720
44	1,197247	1,197775	1,198303	1,198832	1,199360	1,199890	1,200420	1,200950	1,201480	1,202010
45	1,202540	1,203071	1,203603	1,204136	1,204668	1,205200	1,205733	1,206266	1,206801	1,207335
46	1,207870	1,208405	1,208940	1,209477	1,210013	1,210549	1,211086	1,211628	1,212162	1,212700
47	1,213238	1,213777	1,214317	1,214856	1,215395	1,215936	1,216476	1,217017	1,217559	1,218101
48	1,218643	1,219185	1,219729	1,220272	1,220815	1,221360	1,221904	1,222449	1,222995	1,223540
49	1,224086	1,224632	1,225180	1,225727	1,226274	1,226823	1,227371	1,227919	1,228469	1,229018
50	1,229567	1,230117	1,230668	1,231219	1,231770	1,232322	1,232874	1,233426	1,233979	1,234532
51	1,235085	1,235639	1,236194	1,236748	1,237303	1,237859	1,238414	1,238970	1,239527	1,240084
52	1,240641	1,241198	1,241757	1,242315	1,242873	1,243433	1,243992	1,244222	1,245113	1,245673
53	1,246234	1,246795	1,247358	1,247920	1,248482	1,249046	1,249609	1,250172	1,250737	1,251301
54	1,251866	1,252431	1,252997	1,253563	1,254129	1,254697	1,255264	1,255831	1,256400	1,256967
55	1,257535	1,258104	1,258674	1,259244	1,259815	1,260385	1,260955	1,261527	1,262099	1,262071
56	1,263243	1,263816	1,264390	1,264963	1,265537	1,266112	1,266686	1,267261	1,267887	1,268418
57	1,268989	1,269565	1,270143	1,270720	1,271299	1,271877	1,272455	1,273035	1,273614	1,274194
58	1,274774	1,275354	1,275936	1,276517	1,277098	1,277680	1,278262	1,278844	1,279428	1,280011
59	1,280595	1,281179	1,281764	1,282349	1,282935	1,283521	1,284107	1,284694	1,285281	1,285869

Tabelle I. (Fortsetzung.)

Rohrzucker-prozente = Grade Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Wahre Dichte bei + 20° C für die nebenstehenden Ganzen- und obenstehenden Zehntel-Rohrzuckerprozente. Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.									
60	1,286456	1,287044	1,287633	1,288222	1,288811	1,289401	1,289991	1,290581	1,291172	1,291763
61	1,292354	1,292946	1,293539	1,294131	1,294725	1,295318	1,295911	1,296506	1,297100	1,297696
62	1,298291	1,298886	1,299483	1,300079	1,300677	1,301274	1,301871	1,302470	1,303068	1,303668
63	1,304267	1,304867	1,305467	1,306068	1,306669	1,307271	1,307872	1,308475	1,309077	1,309680
64	1,310282	1,310885	1,311489	1,312093	1,312699	1,313304	1,313909	1,314515	1,315121	1,315728
65	1,316334	1,316941	1,317549	1,388157	1,318766	1,319374	1,319983	1,320593	1,321203	1,321814
66	1,322425	1,323036	1,323648	1,324259	1,324872	1,325484	1,326097	1,326711	1,327325	1,327946
67	1,328554	1,329170	1,329785	1,330401	1,331017	1,331683	1,332250	1,332868	1,333485	1,334103
68	1,334722	1,335342	1,335961	1,336581	1,337200	1,337821	1,338441	1,339063	1,339684	1,340306
69	1,340928	1,341551	1,342174	1,342798	1,343421	1,344046	1,344671	1,345296	1,345922	1,346547
70	1,347174	1,347801	1,348427	1,349055	1,349682	1,350311	1,350939	1,351568	1,352197	1,352827
71	1,353456	1,354087	1,354717	1,355349	1,355980	1,356612	1,357245	1,357877	1,358511	1,359144
72	1,359778	1,360413	1,361047	1,361682	1,362317	1,362953	1,363590	1,364226	1,364864	1,365501
73	1,366139	1,366777	1,367415	1,368054	1,368693	1,369333	1,369973	1,370613	1,371254	1,371894
74	1,372536	1,373178	1,373820	1,374463	1,375105	1,375749	1,376392	1,377036	1,377680	1,378326
75	1,378971	1,379617	1,380262	1,380909	1,381555	1,382203	1,382851	1,383499	1,384148	1,384796
76	1,385446	1,386096	1,386745	1,387396	1,388045	1,388696	1,389347	1,389999	1,390651	1,391303
77	1,391956	1,392610	1,393263	1,393917	1,394571	1,395226	1,395881	1,396536	1,397192	1,397848
78	1,398505	1,399162	1,399819	1,400477	1,401134	1,401793	1,402452	1,403111	1,403771	1,404430
79	1,405091	1,405752	1,406412	1,407074	1,407735	1,408398	1,409061	1,409723	1,410387	1,411051

Tabelle I. (Schluß.)

Rohrzuckerprozente = Grade Brix	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Wahre Dichte bei + 20° C für die nebenstehenden Ganzen- und obenstehenden Zehntel-Rohrzuckerprozente. Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.									
80	1,411715	1,412380	1,413044	1,413709	1,414374	1,415440	1,415706	1,416373	1,417039	1,417707
81	1,418374	1,419043	1,419711	1,420380	1,421049	1,421719	1,422390	1,423059	1,423730	1,424400
82	1,425072	1,425744	1,426416	1,427089	1,427761	1,428435	1,429109	1,429782	1,430457	1,431131
83	1,431807	1,432483	1,433158	1,433885	1,434511	1,435188	1,435866	1,436543	1,437222	1,437900
84	1,438579	1,439259	1,439938	1,440619	1,441299	1,441980	1,442661	1,443342	1,444024	1,444705
85	1,445388	1,446071	1,446754	1,447438	1,448121	1,448806	1,449391	1,450175	1,450860	1,451545
86	1,452232	1,452919	1,453605	1,454292	1,454980	1,445668	1,456357	1,457045	1,457735	1,458424
87	1,459114	1,459805	1,460495	1,461186	1,461877	1,462568	1,463260	1,463953	1,464645	1,465338
88	1,466032	1,466726	1,467420	1,468115	1,468810	1,469504	1,470200	1,470896	1,471592	1,472289
89	1,472986	1,473684	1,474381	1,475080	1,475779	1,476477	1,477176	1,477876	1,478575	1,479275
90	1,479976	1,480677	1,481378	1,482080	1,482782	1,483484	1,484187	1,484890	1,485593	1,486297
91	1,487002	1,487707	1,488411	1,489117	1,489823	1,490528	1,491234	1,491941	1,492647	1,493355
92	1,494063	1,494771	1,495479	1,496188	1,496897	1,497606	1,498316	1,499026	1,499736	1,500447
93	1,501158	1,501870	1,502582	1,503293	1,504006	1,504719	1,505432	1,506146	1,506859	1,507574
94	1,508289	1,509004	1,509720	1,510435	1,511151	1,511868	1,512585	1,513302	1,514019	1,514737
95	1,515455	1,516174	1,516893	1,517612	1,518332	1,519051	1,519871	1,520492	1,521212	1,521934
96	1,522656	1,523378	1,524100	1,524823	1,525546	1,526269	1,526993	1,527717	1,528441	1,529166
97	1,529891	1,530616	1,531342	1,532068	1,532794	1,533521	1,534248	1,534976	1,535704	1,536432
98	1,537161	1,537889	1,538618	1,539347	1,540076	1,540806	1,541536	1,542267	1,512998	1,543730
99	1,544462	1,545194	1,545926	1,546659	1,547292	1,549127	1,548861	1,549595	1,550329	1,551064
100	1,551800									

Tabelle II

zum Vergleich zwischen Gewichtsprozenten oder Graden nach Brix, spezifischem Gewicht und Graden nach Baumé für reine Zuckerlösungen von 0 bis 95 Prozent.

(Temperatur: 17,5° Celsius.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
0,0	1,00000	0,0	0,0	3,5	1,01371	2,0	1,9
0,1	1,00038	0,1	0,1	3,6	1,01411	2,0	2,0
0,2	1,00077	0,1	0,1	3,7	1,01451	2,1	2,0
0,3	1,00116	0,2	0,2	3,8	1,01491	2,2	2,1
0,4	1,00155	0,2	0,2	3,9	1,01531	2,2	2,2
0,5	1,00193	0,3	0,3	4,0	1,01570	2,3	2,2
0,6	1,00232	0,3	0,3	4,1	1,01610	2,3	2,3
0,7	1,00271	0,4	0,4	4,2	1,01650	2,4	2,3
0,8	1,00310	0,45	0,4	4,3	1,01690	2,4	2,4
0,9	1,00349	0,5	0,5	4,4	1,01730	2,5	2,4
1,0	1,00388	0,6	0,55	4,5	1,01770	2,55	2,5
1,1	1,00427	0,6	0,6	4,6	1,01810	2,6	2,6
1,2	1,00466	0,7	0,7	4,7	1,01850	2,7	2,6
1,3	1,00505	0,7	0,7	4,8	1,01890	2,7	2,7
1,4	1,00544	0,8	0,8	4,9	1,01930	2,8	2,7
1,5	1,00583	0,85	0,8	5,0	1,01970	2,8	2,8
1,6	1,00622	0,9	0,9	5,1	1,02010	2,9	2,8
1,7	1,00662	1,0	0,9	5,2	1,02051	2,95	2,9
1,8	1,00701	1,0	1,0	5,3	1,02091	3,0	2,9
1,9	1,00740	1,1	1,05	5,4	1,02131	3,1	3,0
2,0	1,00779	1,1	1,1	5,5	1,02171	3,1	3,0
2,1	1,00818	1,2	1,2	5,6	1,02211	3,2	3,1
2,2	1,00858	1,2	1,2	5,7	1,02252	3,2	3,2
2,3	1,00897	1,3	1,3	5,8	1,02292	3,3	3,2
2,4	1,00936	1,4	1,3	5,9	1,02333	3,35	3,3
2,5	1,00976	1,4	1,4	6,0	1,02373	3,4	3,3
2,6	1,01015	1,5	1,4	6,1	1,02413	3,5	3,4
2,7	1,01055	1,5	1,5	6,2	1,02454	3,5	3,4
2,8	1,01094	1,6	1,55	6,3	1,02494	3,6	3,5
2,9	1,01134	1,6	1,6	6,4	1,02535	3,6	3,6
3,0	1,01173	1,7	1,7	6,5	1,02575	3,7	3,6
3,1	1,01213	1,8	1,7	6,6	1,02616	3,7	3,7
3,2	1,01252	1,8	1,8	6,7	1,02657	3,8	3,7
3,3	1,01292	1,9	1,8	6,8	1,02697	3,9	3,8
3,4	1,01332	1,9	1,9	6,9	1,02738	3,9	3,8

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
7,0	1,02779	4,0	3,9	11,1	1,04473	6,3	6,2
7,1	1,02819	4,0	3,9	11,2	1,04515	6,3	6,2
7,2	1,02860	4,1	4,0	11,3	1,04557	6,4	6,3
7,3	1,02901	4,1	4,1	11,4	1,04599	6,5	6,3
7,4	1,02942	4,2	4,1	11,5	1,04641	6,5	6,4
7,5	1,02983	4,25	4,2	11,6	1,04683	6,6	6,4
7,6	1,03024	4,3	4,2	11,7	1,04726	6,6	6,5
7,7	1,03064	4,4	4,3	11,8	1,04768	6,7	6,55
7,8	1,03105	4,4	4,3	11,9	1,04810	6,7	6,6
7,9	1,03146	4,5	4,4	12,0	1,04852	6,8	6,7
8,0	1,03187	4,5	4,4	12,1	1,04894	6,8	6,7
8,1	1,03228	4,6	4,5	12,2	1,04937	6,9	6,8
8,2	1,03270	4,6	4,6	12,3	1,04979	7,0	6,8
8,3	1,03311	4,7	4,6	12,4	1,05021	7,0	6,9
8,4	1,03352	4,8	4,7	12,5	1,05064	7,1	6,9
8,5	1,03393	4,8	4,7	12,6	1,05106	7,1	7,0
8,6	1,03434	4,9	4,8	12,7	1,05149	7,2	7,05
8,7	1,03475	4,9	4,8	12,8	1,05191	7,2	7,1
8,8	1,03517	5,0	4,9	12,9	1,05233	7,3	7,2
8,9	1,03558	5,0	4,9	13,0	1,05276	7,4	7,2
9,0	1,03599	5,1	5,0	13,1	1,05318	7,4	7,3
9,1	1,03640	5,2	5,05	13,2	1,05361	7,5	7,3
9,2	1,03682	5,2	5,1	13,3	1,05404	7,5	7,4
9,3	1,03723	5,3	5,2	13,4	1,05446	7,6	7,4
9,4	1,03765	5,3	5,2	13,5	1,05489	7,6	7,5
9,5	1,03806	5,4	5,3	13,6	1,05532	7,7	7,5
9,6	1,03848	5,4	5,3	13,7	1,05574	7,75	7,6
9,7	1,03889	5,5	5,4	13,8	1,05617	7,8	7,65
9,8	1,03931	5,55	5,4	13,9	1,05660	7,9	7,7
9,9	1,03972	5,6	5,5	14,0	1,05703	7,9	7,8
10,0	1,04014	5,7	5,55	14,1	1,05746	8,0	7,8
10,1	1,04055	5,7	5,6	14,2	1,05789	8,0	7,9
10,2	1,04097	5,8	5,7	14,3	1,05831	8,1	7,9
10,3	1,04139	5,8	5,7	14,4	1,05874	8,1	8,0
10,4	1,04180	5,9	5,8	14,5	1,05917	8,2	8,0
10,5	1,04222	5,9	5,8	14,6	1,05960	8,3	8,1
10,6	1,04264	6,0	5,9	14,7	1,06003	8,3	8,15
10,7	1,04306	6,1	5,9	14,8	1,06047	8,4	8,2
10,8	1,04348	6,1	6,0	14,9	1,06090	8,4	8,3
10,9	1,04390	6,2	6,05	15,0	1,06133	8,5	8,3
11,0	1,04431	6,2	6,1	15,1	1,06176	8,5	8,4

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
15,2	1,06219	8,55	8,4	19,3	1,08017	10,9	10,7
15,3	1,06262	8,6	8,5	19,4	1,08062	10,9	10,7
15,4	1,06306	8,7	8,5	19,5	1,08106	11,0	10,8
15,5	1,06349	8,8	8,6	19,6	1,08151	11,1	10,85
15,6	1,06392	8,8	8,65	19,7	1,08196	11,1	10,9
15,7	1,06436	8,9	8,7	19,8	1,08240	11,2	11,0
15,8	1,06479	8,9	8,8	19,9	1,08285	11,2	11,0
15,9	1,06522	9,0	8,8	20,0	1,08329	11,3	11,1
16,0	1,06566	9,0	8,9	20,1	1,08374	11,3	11,1
16,1	1,06609	9,1	8,9	20,2	1,08419	11,4	11,2
16,2	1,06653	9,2	9,0	20,3	1,08464	11,5	11,2
16,3	1,06696	9,2	9,0	20,4	1,08509	11,5	11,3
16,4	1,06740	9,3	9,1	20,5	1,08553	11,6	11,3
16,5	1,06783	9,3	9,1	20,6	1,08599	11,6	11,4
16,6	1,06827	9,4	9,2	20,7	1,08643	11,7	11,45
16,7	1,06871	9,4	9,25	20,8	1,08688	11,7	11,5
16,8	1,06914	9,5	9,3	20,9	1,08733	11,8	11,6
16,9	1,06958	9,5	9,4	21,0	1,08778	11,8	11,6
17,0	1,07002	9,6	9,4	21,1	1,08824	11,9	11,7
17,1	1,07046	9,7	9,5	21,2	1,08869	11,95	11,7
17,2	1,07090	9,7	9,5	21,3	1,08914	12,0	11,8
17,3	1,07133	9,8	9,6	21,4	1,08959	12,0	11,8
17,4	1,07177	9,8	9,6	21,5	1,09004	12,1	11,9
17,5	1,07221	9,9	9,7	21,6	1,09049	12,1	11,95
17,6	1,07265	9,9	9,75	21,7	1,09095	12,2	12,0
17,7	1,07309	10,0	9,8	21,8	1,09140	12,3	12,05
17,8	1,07353	10,0	9,9	21,9	1,09185	12,3	12,1
17,9	1,07397	10,1	9,9	22,0	1,09231	12,4	12,2
18,0	1,07441	10,1	10,0	22,1	1,09276	12,5	12,2
18,1	1,07485	10,2	10,0	22,2	1,09321	12,5	12,3
18,2	1,07530	10,3	10,1	22,3	1,09367	12,6	12,3
18,3	1,07574	10,3	10,1	22,4	1,09412	12,6	12,4
18,4	1,07618	10,4	10,2	22,5	1,09458	12,7	12,4
18,5	1,07662	10,4	10,2	22,6	1,09503	12,7	12,5
18,6	1,07706	10,5	10,3	22,7	1,09549	12,85	12,55
18,7	1,07751	10,5	10,35	22,8	1,09595	12,8	12,6
18,8	1,07795	10,6	10,4	22,9	1,09640	12,9	12,7
18,9	1,07839	10,6	10,5	23,0	1,09686	13,0	12,7
19,0	1,07884	10,7	10,5	23,1	1,09732	13,0	12,8
19,1	1,07928	10,8	10,6	23,2	1,09777	13,1	12,8
19,2	1,07973	10,8	10,6	23,3	1,09823	13,1	12,9

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
23,4	1,09869	13,2	12,9	27,5	1,11776	15,5	15,2
23,5	1,09915	13,2	13,0	27,6	1,11824	15,5	15,2
23,6	1,09961	13,3	13,0	27,7	1,11871	15,6	15,3
23,7	1,10007	13,3	13,1	27,8	1,11918	15,6	15,3
23,8	1,10053	13,4	13,15	27,9	1,11965	15,7	15,4
23,9	1,10099	13,5	13,2	28,0	1,12013	15,7	15,4
24,0	1,10145	13,5	13,3	28,1	1,12060	15,8	15,5
24,1	1,10191	13,6	13,3	28,2	1,12107	15,8	15,55
24,2	1,10237	13,6	13,4	28,3	1,12155	15,9	15,6
24,3	1,10283	13,7	13,4	28,4	1,12202	16,0	15,7
24,4	1,10329	13,7	13,5	28,5	1,12250	16,0	15,7
24,5	1,10375	13,8	13,5	28,6	1,12297	16,1	15,8
24,6	1,10421	13,8	13,6	28,7	1,12345	16,1	15,8
24,7	1,10468	13,9	13,6	28,8	1,12393	16,2	15,9
24,8	1,10514	14,0	13,7	28,9	1,12440	16,2	15,9
24,9	1,10560	14,0	13,75	29,0	1,12488	16,3	16,0
25,0	1,10607	14,1	13,8	29,1	1,12536	16,3	16,0
25,1	1,10653	14,1	13,9	29,2	1,12583	16,4	16,1
25,2	1,10700	14,2	13,9	29,3	1,12631	16,5	16,1
25,3	1,10746	14,2	14,0	29,4	1,12679	16,5	16,2
25,4	1,10793	14,3	14,0	29,5	1,12727	16,6	16,25
25,5	1,10839	14,3	14,1	29,6	1,12775	16,6	16,3
25,6	1,10886	14,4	14,1	29,7	1,12823	16,7	16,4
25,7	1,10932	14,5	14,2	29,8	1,12871	16,7	16,4
25,8	1,10979	14,5	14,2	29,9	1,12919	16,8	16,5
25,9	1,11026	14,6	14,3	30,0	1,12967	16,8	16,5
26,0	1,11072	14,6	14,35	30,1	1,13015	16,9	16,6
26,1	1,11119	14,7	14,4	30,2	1,13063	16,95	16,6
26,2	1,11166	14,7	14,5	30,3	1,13111	17,0	16,7
26,3	1,11213	14,8	14,5	30,4	1,13159	17,1	16,7
26,4	1,11259	14,85	14,6	30,5	1,13207	17,1	16,8
26,5	1,11306	14,9	14,6	30,6	1,13255	17,2	16,85
26,6	1,11353	15,0	14,7	30,7	1,13304	17,2	16,9
26,7	1,11400	15,0	14,7	30,8	1,13352	17,3	17,0
26,8	1,11447	15,1	14,8	30,9	1,13400	17,3	17,0
26,9	1,11494	15,1	14,8	31,0	1,13449	17,4	17,1
27,0	1,11541	15,2	14,9	31,1	1,13497	17,45	17,1
27,1	1,11588	15,2	14,9	31,2	1,13545	17,5	17,2
27,2	1,11635	15,3	15,0	31,3	1,13594	17,6	17,2
27,3	1,11682	15,3	15,1	31,4	1,13642	17,6	17,3
27,4	1,11729	15,4	15,1	31,5	1,13691	17,7	17,3

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte	Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
31,6	1,13740	17,7	17,4	35,7	1,15760	20,0	19,6
31,7	1,13788	17,8	17,4	35,8	1,15810	20,0	19,65
31,8	1,13837	17,8	17,5	35,9	1,15861	20,1	19,7
31,9	1,13885	17,9	17,55	36,0	1,15917	20,1	19,8
32,0	1,13934	17,95	17,6	36,1	1,15961	20,2	19,8
32,1	1,13983	18,0	17,7	36,2	1,16011	20,25	19,9
32,2	1,14032	18,0	17,7	36,3	1,16061	20,3	19,9
32,3	1,14081	18,1	17,8	36,4	1,16111	20,4	20,0
32,4	1,14129	18,2	17,8	36,5	1,16162	20,4	20,0
32,5	1,14178	18,2	17,9	36,6	1,16212	20,5	20,1
32,6	1,14227	18,3	17,9	36,7	1,16262	20,5	20,1
32,7	1,14276	18,3	18,0	36,8	1,16313	20,6	20,2
32,8	1,14325	18,4	18,0	36,9	1,16363	20,6	20,2
32,9	1,14374	18,4	18,1	37,0	1,16413	20,7	20,3
33,0	1,14423	18,5	18,15	37,1	1,16464	20,7	20,35
33,1	1,14472	18,55	18,2	37,2	1,16514	20,8	20,4
33,2	1,14521	18,6	18,25	37,3	1,16565	20,9	20,5
33,3	1,14570	18,7	18,3	37,4	1,16616	20,9	20,5
33,4	1,14620	18,7	18,4	37,5	1,16666	21,0	20,6
33,5	1,14669	18,8	18,4	37,6	1,16717	21,0	20,6
33,6	1,14718	18,8	18,5	37,7	1,16768	21,1	20,7
33,7	1,14767	18,9	18,5	37,8	1,16818	21,1	20,7
33,8	1,14817	18,9	18,6	37,9	1,16869	21,2	20,8
33,9	1,14866	19,0	18,6	38,0	1,16920	21,2	20,8
34,0	1,14915	19,05	18,7	38,1	1,16971	21,3	20,9
34,1	1,14965	19,1	18,7	38,2	1,17022	21,35	20,9
34,2	1,15014	19,2	18,8	38,3	1,17072	21,4	21,0
34,3	1,15064	19,2	18,85	38,4	1,17123	21,5	21,05
34,4	1,15113	19,3	18,9	38,5	1,17174	21,5	21,1
34,5	1,15163	19,3	18,95	38,6	1,17225	21,6	21,15
34,6	1,15213	19,4	19,0	38,7	1,17276	21,6	21,2
34,7	1,15262	19,4	19,1	38,8	1,17327	21,7	21,3
34,8	1,15312	19,5	19,1	38,9	1,17379	21,7	21,3
34,9	1,15362	19,5	19,2	39,0	1,17430	21,8	21,4
35,0	1,15411	19,6	19,2	39,1	1,17481	21,8	21,4
35,1	1,15461	19,65	19,3	39,2	1,17532	21,9	21,5
35,2	1,15511	19,7	19,3	39,3	1,17583	21,9	21,5
35,3	1,15561	19,8	19,4	39,4	1,17635	22,0	21,6
35,4	1,15611	19,8	19,4	39,5	1,17686	22,05	21,6
35,5	1,15661	19,9	19,5	39,6	1,17737	22,1	21,7
35,6	1,15710	19,9	19,55	39,7	1,17789	22,2	21,7

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
39,8	1,17840	22,2	21,8	43,9	1,19980	24,4	24,0
39,9	1,17892	22,3	21,85	44,0	1,20033	24,5	24,0
40,0	1,17943	22,3	21,9	44,1	1,20086	24,55	24,1
40,1	1,17995	22,4	22,0	44,2	1,20139	24,6	24,1
40,2	1,18046	22,4	22,0	44,3	1,20192	24,65	24,2
40,3	1,18098	22,5	22,1	44,4	1,20245	24,7	24,2
40,4	1,18150	22,5	22,1	44,5	1,20299	24,8	24,3
40,5	1,18201	22,6	22,2	44,6	1,20352	24,8	24,35
40,6	1,18253	22,6	22,2	44,7	1,20405	24,9	24,4
40,7	1,18305	22,7	22,3	44,8	1,20458	24,9	24,45
40,8	1,18357	22,8	22,3	44,9	1,20512	25,0	24,5
40,9	1,18408	22,8	22,4	45,0	1,20565	25,0	24,6
41,0	1,18460	22,9	22,4	45,1	1,20618	25,1	24,6
41,1	1,18512	22,9	22,5	45,2	1,20672	25,1	24,7
41,2	1,18564	23,0	22,5	45,3	1,20725	25,2	24,7
41,3	1,18616	23,0	22,6	45,4	1,20779	25,2	24,8
41,4	1,18668	23,1	22,65	45,5	1,20832	25,3	24,8
41,5	1,18720	23,1	22,7	45,6	1,20886	25,4	24,9
41,6	1,18772	23,2	22,75	45,7	1,20939	25,4	24,9
41,7	1,18824	23,25	22,8	45,8	1,20993	25,5	25,0
41,8	1,18877	23,3	22,9	45,9	1,21046	25,5	25,0
41,9	1,18929	23,4	22,9	46,0	1,21100	25,6	25,1
42,0	1,18981	23,4	23,0	46,1	1,21154	25,6	25,1
42,1	1,19033	23,5	23,0	46,2	1,21208	25,7	25,2
42,2	1,19086	23,5	23,1	46,3	1,21261	25,7	25,2
42,3	1,19138	23,6	23,1	46,4	1,21315	25,8	25,3
42,4	1,19190	23,6	23,2	46,5	1,21369	25,8	25,35
42,5	1,19243	23,7	23,2	46,6	1,21423	25,9	25,4
42,6	1,19295	23,7	23,3	46,7	1,21477	25,95	25,45
42,7	1,19348	23,8	23,3	46,8	1,21531	26,0	25,5
42,8	1,19400	23,8	23,4	46,9	1,21585	26,1	25,6
42,9	1,19453	23,9	23,45	47,0	1,21639	26,1	25,6
43,0	1,19505	23,95	23,5	47,1	1,21693	26,2	25,7
43,1	1,19558	24,0	23,55	47,2	1,21747	26,2	25,7
43,2	1,19611	24,1	23,6	47,3	1,21802	26,3	25,8
43,3	1,19663	24,1	23,7	47,4	1,21856	26,3	25,8
43,4	1,19716	24,2	23,7	47,5	1,21910	26,4	25,9
43,5	1,19769	24,2	23,8	47,6	1,21964	26,4	25,9
43,6	1,19822	24,3	23,8	47,7	1,22019	26,5	26,0
43,7	1,19875	24,3	23,9	47,8	1,22073	26,5	26,0
43,8	1,19927	24,4	23,9	47,9	1,22127	26,6	26,1

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
48,0	1,22182	26,6	26,1	52,1	1,24446	28,8	28,3
48,1	1,22236	26,7	26,2	52,2	1,24502	28,9	28,3
48,2	1,22291	26,75	26,2	52,3	1,24558	28,9	28,4
48,3	1,22345	26,8	26,3	52,4	1,24614	29,0	28,4
48,4	1,22400	26,9	26,35	52,5	1,24670	29,0	28,5
48,5	1,22455	26,9	26,4	52,6	1,24726	29,1	28,5
48,6	1,22509	27,0	26,45	52,7	1,24782	29,15	28,6
48,7	1,22564	27,0	26,5	52,8	1,24839	29,2	28,65
48,8	1,22619	27,1	26,6	52,9	1,24895	29,2	28,7
48,9	1,22673	27,1	26,6	53,0	1,24951	29,3	28,75
49,0	1,22728	27,2	26,7	53,1	1,25008	29,4	28,8
49,1	1,22783	27,2	26,7	53,2	1,25064	29,4	28,85
49,2	1,22838	27,3	26,8	53,3	1,25120	29,5	28,9
49,3	1,22893	27,3	26,8	53,4	1,25177	29,5	28,9
49,4	1,22948	27,4	26,9	53,5	1,25233	29,6	29,0
49,5	1,23003	27,4	26,9	53,6	1,25290	29,6	29,1
49,6	1,23058	27,5	27,0	53,7	1,25347	29,7	29,1
49,7	1,23113	27,6	27,0	53,8	1,25403	29,7	29,2
49,8	1,23168	27,6	27,1	53,9	1,25460	29,8	29,2
49,9	1,23223	27,7	27,1	54,0	1,25517	29,8	29,3
50,0	1,23278	27,7	27,2	54,1	1,25573	29,9	29,3
50,1	1,23334	27,8	27,2	54,2	1,25630	29,9	29,4
50,2	1,23389	27,8	27,3	54,3	1,25687	30,0	29,4
50,3	1,23444	27,9	27,3	54,4	1,25744	30,05	29,5
50,4	1,23499	27,9	27,4	54,5	1,25801	30,1	29,5
50,5	1,23555	28,0	27,45	54,6	1,25857	30,2	29,6
50,6	1,23610	28,0	27,5	54,7	1,25914	30,2	29,6
50,7	1,23666	28,1	27,55	54,8	1,25971	30,3	29,7
50,8	1,23721	28,1	27,6	54,9	1,26028	30,3	29,7
50,9	1,23777	28,2	27,7	55,0	1,26086	30,4	29,8
51,0	1,23832	28,2	27,7	55,1	1,26143	30,4	29,8
51,1	1,23888	28,3	27,8	55,2	1,26200	30,5	29,9
51,2	1,23943	28,35	27,8	55,3	1,26257	30,5	29,9
51,3	1,23999	28,4	27,9	55,4	1,26314	30,6	30,0
51,4	1,24055	28,5	27,9	55,5	1,26372	30,6	30,05
51,5	1,24111	28,5	28,0	55,6	1,26429	30,7	30,1
51,6	1,24166	28,6	28,0	55,7	1,26486	30,7	30,15
51,7	1,24222	28,6	28,1	55,8	1,26544	30,8	30,2
51,8	1,24278	28,7	28,1	55,9	1,26601	30,8	30,25
51,9	1,24334	28,7	28,2	56,0	1,26658	30,9	30,3
52,0	1,24390	28,8	28,2	56,1	1,26716	30,9	30,4

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
56,2	1,26773	31,0	30,4	60,3	1,29166	33,1	32,5
56,3	1,26831	31,05	30,5	60,4	1,29225	33,2	32,6
56,4	1,26889	31,1	30,5	60,5	1,29284	33,2	32,6
56,5	1,26946	31,2	30,6	60,6	1,29343	33,3	32,7
56,6	1,27004	31,2	30,6	60,7	1,29403	33,35	32,7
56,7	1,27062	31,3	30,7	60,8	1,29462	33,4	32,8
56,8	1,27120	31,3	30,7	60,9	1,29521	33,45	32,8
56,9	1,27177	31,4	30,8	61,0	1,29581	33,5	32,9
57,0	1,27235	31,4	30,8	61,1	1,29640	33,6	32,9
57,1	1,27293	31,5	30,9	61,2	1,29700	33,6	33,0
57,2	1,27351	31,5	30,9	61,3	1,29759	33,7	33,0
57,3	1,27409	31,6	31,0	61,4	1,29819	33,7	33,1
57,4	1,27464	31,6	31,0	61,5	1,29878	33,8	33,1
57,5	1,27525	31,7	31,1	61,6	1,29938	33,8	33,2
57,6	1,27583	31,7	31,1	61,7	1,29998	33,9	33,2
57,7	1,27641	31,8	31,2	61,8	1,30057	33,9	33,3
57,8	1,27699	31,8	31,2	61,9	1,30117	34,0	33,3
57,9	1,27758	31,9	31,3	62,0	1,30177	34,0	33,4
58,0	1,27816	31,9	31,3	62,1	1,30237	34,1	33,4
58,1	1,27874	32,0	31,4	62,2	1,30297	34,1	33,5
58,2	1,27932	32,0	31,4	62,3	1,30356	34,2	33,5
58,3	1,27991	32,1	31,5	62,4	1,30416	34,2	33,6
58,4	1,28049	32,15	31,5	62,5	1,30476	34,3	33,6
58,5	1,28107	32,2	31,6	62,6	1,30536	34,3	33,7
58,6	1,28166	32,3	31,6	62,7	1,30596	34,4	33,7
58,7	1,28224	32,3	31,7	62,8	1,30657	34,4	33,8
58,8	1,28283	32,4	31,7	62,9	1,30717	34,5	33,8
58,9	1,28342	32,4	31,8	63,0	1,30777	34,5	33,9
59,0	1,28400	32,5	31,85	63,1	1,30837	34,6	33,9
59,1	1,28459	32,5	31,9	63,2	1,30897	34,6	34,0
59,2	1,28518	32,6	31,95	63,3	1,30958	34,7	34,0
59,3	1,28576	32,6	32,0	63,4	1,31018	34,7	34,1
59,4	1,28635	32,7	32,05	63,5	1,31078	34,8	34,1
59,5	1,28694	32,7	32,1	63,6	1,31139	34,85	34,2
59,6	1,28753	32,8	32,15	63,7	1,31199	34,9	34,2
59,7	1,28812	32,8	32,2	63,8	1,31260	34,95	34,3
59,8	1,28871	32,9	32,3	63,9	1,31320	35,0	34,3
59,9	1,28930	32,9	32,3	64,0	1,31381	35,1	34,4
60,0	1,28989	33,0	32,4	64,1	1,31442	35,1	34,4
60,1	1,29048	33,0	32,4	64,2	1,31502	35,2	34,5
60,2	1,29107	33,1	32,5	64,3	1,31563	35,2	34,5

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
64,4	1,31624	35,3	34,6	68,5	1,34148	37,4	36,7
64,5	1,31684	35,3	34,6	68,6	1,34210	37,4	36,7
64,6	1,31745	35,4	34,7	68,7	1,34273	37,5	36,8
64,7	1,31806	35,4	34,7	68,8	1,34335	37,5	36,8
64,8	1,31867	35,5	34,8	68,9	1,34398	37,6	36,9
64,9	1,31928	35,5	34,8	69,0	1,34460	37,6	36,9
65,0	1,31989	35,6	34,9	69,1	1,34523	37,7	37,0
65,1	1,32050	35,6	34,95	69,2	1,34585	37,7	37,0
65,2	1,32111	35,7	35,0	69,3	1,34648	37,8	37,1
65,3	1,32172	35,7	35,05	69,4	1,34711	37,8	37,1
65,4	1,32233	35,8	35,1	69,5	1,34774	37,9	37,2
65,5	1,32294	35,8	35,15	69,6	1,34836	37,9	37,2
65,6	1,32355	35,9	35,2	69,7	1,34899	38,0	37,3
65,7	1,32417	35,9	35,25	69,8	1,34962	38,0	37,3
65,8	1,32478	36,0	35,3	69,9	1,35025	38,1	37,4
65,9	1,32539	36,0	35,35	70,0	1,35088	38,1	37,4
66,0	1,32601	36,1	35,4	70,1	1,35151	38,2	37,5
66,1	1,32662	36,1	35,5	70,2	1,35214	38,2	37,5
66,2	1,32724	36,2	35,5	70,3	1,35277	38,3	37,6
66,3	1,32785	36,2	35,6	70,4	1,35340	38,3	37,6
66,4	1,32847	36,3	35,6	70,5	1,35403	38,4	37,7
66,5	1,32908	36,3	35,7	70,6	1,35466	38,4	37,7
66,6	1,32970	36,4	35,7	70,7	1,35530	38,5	37,8
66,7	1,33031	36,4	35,8	70,8	1,35593	38,5	37,8
66,8	1,33093	36,5	35,8	70,9	1,35656	38,6	37,9
66,9	1,33155	36,5	35,9	71,0	1,35720	38,6	37,9
67,0	1,33217	36,6	35,9	71,1	1,35783	38,7	37,9
67,1	1,33278	36,6	36,0	71,2	1,35847	38,7	38,0
67,2	1,33340	36,7	36,0	71,3	1,35910	38,8	38,0
67,3	1,33402	36,75	36,1	71,4	1,35974	38,8	38,1
67,4	1,33464	36,8	36,1	71,5	1,36037	38,9	38,1
67,5	1,33526	36,85	36,2	71,6	1,36101	38,9	38,2
67,6	1,33588	36,9	36,2	71,7	1,36164	39,0	38,2
67,7	1,33650	36,95	36,3	71,8	1,36228	39,0	38,3
67,8	1,33712	37,0	36,3	71,9	1,36292	39,1	38,3
67,9	1,33774	37,0	36,4	72,0	1,36355	39,1	38,4
68,0	1,33836	37,1	36,4	72,1	1,36419	39,2	38,4
68,1	1,33899	37,1	36,5	72,2	1,36483	39,2	38,5
68,2	1,33961	37,2	36,5	72,3	1,36547	39,3	38,5
68,3	1,34023	37,3	36,6	72,4	1,36611	39,3	38,6
68,4	1,34085	37,3	36,6	72,5	1,36675	39,4	38,6

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
72,6	1,36739	39,4	38,7	76,7	1,39397	41,5	40,7
72,7	1,36803	39,5	38,7	76,8	1,39463	41,5	40,8
72,8	1,36867	39,5	38,8	76,9	1,39529	41,6	40,8
72,9	1,36931	39,6	38,8	77,0	1,39595	41,6	40,8
73,0	1,36995	39,6	38,9	77,1	1,39660	41,7	40,9
73,1	1,37059	39,7	38,9	77,2	1,39726	41,7	40,9
73,2	1,37124	39,7	39,0	77,3	1,39792	41,8	41,0
73,3	1,37188	39,8	39,0	77,4	1,39858	41,8	41,0
73,4	1,37252	39,8	39,1	77,5	1,39924	41,9	41,1
73,5	1,37317	39,9	39,1	77,6	1,39990	41,9	41,1
73,6	1,37381	39,9	39,2	77,7	1,40056	42,0	41,2
73,7	1,37446	40,0	39,2	77,8	1,40122	42,0	41,2
73,8	1,37510	40,0	39,3	77,9	1,40188	42,1	41,3
73,9	1,37575	40,1	39,3	78,0	1,40254	42,1	41,3
74,0	1,37639	40,1	39,4	78,1	1,40321	42,2	41,4
74,1	1,37704	40,2	39,4	78,2	1,40387	42,2	41,4
74,2	1,37768	40,2	39,5	78,3	1,40453	42,3	41,5
74,3	1,37833	40,3	39,5	78,4	1,40520	42,3	41,5
74,4	1,37898	40,3	39,6	78,5	1,40586	42,4	41,6
74,5	1,37962	40,4	39,6	78,6	1,40652	42,4	41,6
74,6	1,38027	40,4	39,7	78,7	1,40719	42,5	41,7
74,7	1,38092	40,5	39,7	78,8	1,40785	42,5	41,7
74,8	1,38157	40,5	39,8	78,9	1,40852	42,6	41,8
74,9	1,38222	40,6	39,8	79,0	1,40918	42,6	41,8
75,0	1,38287	40,6	39,9	79,1	1,40985	42,7	41,9
75,1	1,38352	40,7	39,9	79,2	1,41052	42,7	41,9
75,2	1,38417	40,7	40,0	79,3	1,41118	42,8	42,0
75,3	1,38482	40,8	40,0	79,4	1,41185	42,8	42,0
75,4	1,38547	40,8	40,1	79,5	1,41252	42,9	42,1
75,5	1,38612	40,9	40,1	79,6	1,41318	42,9	42,1
75,6	1,38677	40,9	40,2	79,7	1,41385	43,0	42,1
75,7	1,38743	41,0	40,2	79,8	1,41452	43,0	42,2
75,8	1,38808	41,0	40,3	79,9	1,41519	43,1	42,2
75,9	1,38873	41,1	40,3	80,0	1,41586	43,1	42,3
76,0	1,38939	41,1	40,4	80,1	1,41653	43,2	42,3
76,1	1,39004	41,2	40,4	80,2	1,41720	43,2	42,4
76,2	1,39070	41,2	40,5	80,3	1,41787	43,2	42,4
76,3	1,39135	41,3	40,5	80,4	1,41854	43,3	42,5
76,4	1,39201	41,3	40,6	80,5	1,41921	43,3	42,5
76,5	1,39266	41,4	40,6	80,6	1,41989	43,4	42,6
76,6	1,39332	41,4	40,7	80,7	1,42056	43,45	42,6

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
80,8	1,42133	43,5	42,7	84,9	1,44917	45,5	44,6
80,9	1,42190	43,55	42,7	85,0	1,44986	45,5	44,7
81,0	1,42258	43,6	42,8	85,1	1,45055	45,6	44,7
81,1	1,42325	43,65	42,8	85,2	1,45124	45,6	44,8
81,2	1,42393	43,7	42,9	85,3	1,45193	45,7	44,8
81,3	1,42460	43,7	42,9	85,4	1,45262	45,7	44,9
81,4	1,42528	43,8	43,0	85,5	1,45331	45,8	44,9
81,5	1,42595	43,8	43,0	85,6	1,45401	45,8	45,0
81,6	1,42663	43,9	43,1	85,7	1,45470	45,9	45,0
81,7	1,42731	43,9	43,1	85,8	1,45539	45,9	45,0
81,8	1,42798	44,0	43,2	85,9	1,45609	46,0	45,1
81,9	1,42866	44,0	43,2	86,0	1,45678	46,0	45,1
82,0	1,42934	44,1	43,2	86,1	1,45748	46,1	45,2
82,1	1,43002	44,1	43,3	86,2	1,45817	46,1	45,2
82,2	1,43070	44,2	43,3	86,3	1,45887	46,2	45,3
82,3	1,43137	44,2	43,4	86,4	1,45956	46,2	45,3
82,4	1,43205	44,3	43,4	86,5	1,46026	46,3	45,4
82,5	1,43273	44,3	43,5	86,6	1,46095	46,3	45,4
82,6	1,43341	44,4	43,5	86,7	1,46165	46,35	45,5
82,7	1,43409	44,4	43,6	86,8	1,46235	46,4	45,5
82,8	1,43478	44,5	43,6	86,9	1,46304	46,45	45,6
82,9	1,43546	44,5	43,7	87,0	1,46374	46,5	45,6
83,0	1,43614	44,6	43,7	87,1	1,46444	46,55	45,7
83,1	1,43682	44,6	43,8	87,2	1,46514	46,6	45,7
83,2	1,43750	44,7	43,8	87,3	1,46584	46,65	45,8
83,3	1,43819	44,7	43,9	87,4	1,46654	46,7	45,8
83,4	1,43887	44,8	43,9	87,5	1,46724	46,7	45,8
83,5	1,43955	44,8	44,0	87,6	1,46794	46,8	45,9
83,6	1,44024	44,9	44,0	87,7	1,46864	46,8	45,9
83,7	1,44092	44,9	44,1	87,8	1,46934	46,9	46,0
83,8	1,44161	45,0	44,1	87,9	1,47004	46,9	46,0
83,9	1,44229	45,0	44,2	88,0	1,47074	47,0	46,1
84,0	1,44298	45,1	44,2	88,1	1,47145	47,0	46,1
84,1	1,44367	45,1	44,2	88,2	1,47215	47,1	46,2
84,2	1,44435	45,15	44,3	88,3	1,47285	47,1	46,2
84,3	1,44504	45,2	44,3	88,4	1,47356	47,2	46,3
84,4	1,44573	45,25	44,4	88,5	1,47426	47,2	46,3
84,5	1,44641	45,3	44,4	88,6	1,47496	47,3	46,4
84,6	1,44710	45,35	44,5	88,7	1,47567	47,3	46,4
84,7	1,44779	45,4	44,5	88,8	1,47637	47,4	46,5
84,8	1,44848	45,4	44,6	88,9	1,47708	47,4	46,5

Tabelle II. (Fortsetzung.)

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte
89,0	1,47778	47,45	46,5	92,1	1,49987	49,0	48,0
89,1	1,47849	47,5	46,6	92,2	1,50058	49,0	48,0
89,2	1,47920	47,55	46,6	92,3	1,50130	49,05	48,1
89,3	1,47991	47,6	46,7	92,4	1,50202	49,1	48,1
89,4	1,48061	47,6	46,7	92,5	1,50274	49,15	48,2
89,5	1,48132	47,7	46,8	92,6	1,50346	49,2	48,2
86,6	1,48203	47,7	46,8	92,7	1,50419	49,2	48,3
89,7	1,48274	47,8	46,9	92,8	1,50491	49,3	48,3
89,8	1,48345	47,8	46,9	92,9	1,50563	49,3	48,3
89,9	1,48416	47,9	47,0	93,0	1,50635	49,4	48,4
90,0	1,48486	47,9	47,0	93,1	1,50707	49,4	48,4
90,1	1,48558	48,0	47,1	93,2	1,50779	49,5	48,5
90,2	1,48629	48,0	47,1	93,3	1,50852	49,5	48,5
90,3	1,48700	48,1	47,2	93,4	1,50924	49,6	48,6
90,4	1,48771	48,1	47,2	93,5	1,50996	49,6	48,6
90,5	1,48842	48,2	47,2	93,6	1,51069	49,6	48,7
90,6	1,48913	48,2	47,3	93,7	1,51141	49,7	48,7
90,7	1,48985	48,3	47,3	93,8	1,51214	49,7	48,8
90,8	1,49056	48,35	47,4	93,9	1,51286	49,8	48,8
90,9	1,49127	48,4	47,4	94,0	1,51359	49,8	48,8
91,0	1,49199	48,45	47,5	94,1	1,51431	49,85	48,9
91,1	1,49270	48,5	47,5	94,2	1,51504	49,9	48,9
91,2	1,49342	48,5	47,6	94,3	1,51577	49,9	49,0
91,3	1,49413	48,6	47,6	94,4	1,51649	50,0	49,0
91,4	1,49485	48,6	47,7	94,5	1,51722	50,0	49,1
91,5	1,49556	48,7	47,7	94,6	1,51795	50,1	49,1
91,6	1,49628	48,7	47,8	94,7	1,51868	50,1	49,2
91,7	1,49700	48,8	47,8	94,8	1,51941	50,2	49,2
91,8	1,49771	48,8	47,8	94,9	1,52014	50,2	49,3
91,9	1,49843	48,9	47,9	95,0	1,52087	50,3	49,3
92,0	1,49915	48,9	47,9				

Eine Ergänzung der vorstehenden Tabelle II bietet in bezug auf die Brixgrade die Tabelle III.

Der Gebrauch derselben ist einfach und bequem. Hätte man z. B. eine Zuckerlösung bei 15,0° C gespindelt, anstatt bei der Temperatur von 17,5° C, und 20,0° Bx abgelesen, so findet man zur Berichtigung dieser Zahl auf derjenigen Stelle, wo die mit 20 überschriebene senkrechte Spalte der Tabelle sich mit der hinter 15,0° C befindlichen wagerechten Spalte kreuzt, die Zahl 0,14 angegeben. Um diese Zahl ist

Tabelle III.

Umrechnungstabelle für Grade Brix bei verschiedenen Temperaturen auf solche von 17,5° C.

Temperatur nach Celsius	Grade Brix der Lösung												
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
	Der abgelesene Betrag ist zu verkleinern um:												
0°	0,17	0,30	0,41	0,52	0,62	0,72	0,82	0,92	0,98	1,11	1,22	1,25	1,29
5	0,23	0,30	0,37	0,44	0,52	0,59	0,65	0,72	0,75	0,80	0,88	0,91	0,94
10	0,20	0,26	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,50	0,54	0,58	0,61
11	0,18	0,23	0,26	0,28	0,31	0,34	0,36	0,39	0,41	0,43	0,47	0,50	0,53
12	0,16	0,20	0,22	0,24	0,26	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,40	0,42	0,46
13	0,14	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,33	0,35	0,39
14	0,12	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,21	0,22	0,22	0,23	0,26	0,28	0,32
15	0,09	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,16	0,17	0,19	0,21	0,25
16	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,16	0,18
17	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06
	Der abgelesene Betrag ist zu vergrößern um:												
18	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
19	0,06	0,08	0,08	0,09	0,09	1,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08	0,06
20	0,11	0,14	0,15	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,18	0,15	0,11
21	0,16	0,20	0,22	0,24	0,24	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,22	0,18
22	0,21	0,26	0,29	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,34	0,32	0,29	0,25
23	0,27	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,39	0,40	0,42	0,39	0,36	0,33
24	0,32	0,38	0,41	0,43	0,44	0,46	0,46	0,47	0,47	0,50	0,46	0,43	0,40
25	0,37	0,44	0,47	0,49	0,51	0,53	0,54	0,55	0,55	0,58	0,54	0,51	0,48
26	0,43	0,50	0,54	0,56	0,58	0,60	0,61	0,62	0,62	0,66	0,62	0,58	0,55
27	0,49	0,57	0,61	0,63	0,65	0,68	0,68	0,69	0,70	0,74	0,70	0,65	0,62
28	0,56	0,64	0,68	0,70	0,72	0,76	0,76	0,78	0,78	0,82	0,78	0,72	0,70
29	0,63	0,71	0,75	0,78	0,79	0,84	0,84	0,86	0,86	0,90	0,86	0,80	0,78
30	0,70	0,78	0,82	0,87	0,87	0,92	0,92	0,94	0,94	0,98	0,94	0,88	0,86
35	1,10	1,17	1,22	1,24	1,30	1,32	1,33	1,35	1,36	1,39	1,34	1,27	1,25
40	1,50	1,61	1,67	1,71	1,73	1,79	1,79	1,80	1,82	1,83	1,78	1,69	1,65
50	—	2,65	2,71	2,74	2,78	2,80	2,80	2,80	2,80	2,79	2,70	2,56	2,51
60	—	3,87	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,90	3,82	3,70	3,43	3,41
70	—	5,17	5,18	5,20	5,14	5,13	5,10	5,08	5,06	4,90	4,72	4,47	4,35
80	—	—	6,62	6,59	6,54	6,46	6,38	6,30	6,26	6,06	5,82	5,50	5,33
90	—	—	8,26	8,16	8,06	7,97	7,83	7,71	7,58	7,30	6,96	6,58	6,37
100	—	—	10,01	9,87	9,72	9,56	9,39	9,21	9,03	8,64	8,22	7,76	7,42

der abgelesene Betrag zu verkleinern und es ist demgemäß der tatsächliche Gehalt der Lösung = 19,86° Bx bei 20° C; hätte die Flüssigkeit aber beim Spindeln eine Temperatur von 25° C besessen, so war eine abgelesene Saccharometerangabe von 20,00° um 0,51° zu vergrößern, also auf 20,51° Bx bei 20° C richtig zu stellen.

Die Inversionsmethode.

Mit dem Namen Inversion bezeichnet man, wie schon oben (S. 15) erwähnt, den chemischen Prozeß der Umwandlung des rechtsdrehenden Rohrzuckers in ein linksdrehendes Gemenge von Traubenzucker und Fruchtzucker. Das entstandene Produkt heißt veränderter, invertierter Zucker oder Invertzucker und hat unter anderen durch diese Umsetzung, neben jener Veränderung in optischer Beziehung, auch die dem Rohrzucker nicht zukommende chemische Eigenschaft erhalten, eine alkalische Kupferoxydlösung unter Sauerstoffentziehung zersetzen oder reduzieren zu können.

In ähnlicher Weise, wie den Rohrzucker, vermag man auch Raffinose und Maltose (und andere, ähnlich zusammengesetzte Zuckerarten) zu invertieren.

Jenes optische Verhalten einerseits und das Reduktionsvermögen andererseits sind zum Zwecke der Nachweisung und als Grundlagen für eine quantitative Bestimmung zunächst des Invertzuckers benutzt worden; es ist aber leicht ersichtlich, daß auch der Rohrzucker durch dieselben Methoden nachweisbar und quantitativ zu bestimmen sein wird, wenn man ihn zuvor der Inversion unterwirft und die erhaltenen Untersuchungsergebnisse sodann auf Grund der Zersetzungsformel wieder auf den ursprünglich vorhanden gewesenen Rohrzucker zurückrechnet.

Je nach Benutzung der einen oder anderen Eigenschaft unterscheidet man:

1. eine Inversionsmethode zur Bestimmung des Rohrzuckers auf optischem Wege, und
2. eine Inversionsmethode zur Bestimmung des Rohrzuckers auf chemischem Wege.

Die Vorbereitung zur Ausführung dieser Untersuchungen, die eigentliche Inversion, geschieht für beide Methoden gleichartig, nach folgender, genau einzuhaltender Vorschrift[1]):

Man wägt von der zuckerhaltigen Substanz den Betrag des halben Normalgewichtes = 13,0 g ab, bringt die abgewogene Menge mit 75 ccm Wasser, welche in einem kleinen Meßzylinder bereit gehalten werden, verlustlos in ein Maßkölbchen mit 100-ccm-Marke und löst unter sorgsamem Um-

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1888, S. 699.

schwenken auf. Eine Klärung mit Bleiessig ist nicht zulässig, da dieser, wie bereits S. 17 erwähnt, die Drehung des Invertzuckers erheblich beeinflußt; wenn nötig, wird, wie weiter unten zu erwähnen, mit gereinigter (extrahierter) Knochenkohle oder mit Zinkstaub entfärbt. Nach völliger Lösung fügt man mittels einer Pipette 5 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,188 hinzu, schwenkt um und erwärmt, nachdem man ein geeignetes Thermometer in das Maßkölbchen eingeführt hat, den Inhalt desselben vermittelst Einstellen in ein bereits auf 70° C erhitztes Wasserbad auf 67 bis 70° C.

Auf dieser Temperatur von genau 67 bis 70° C wird der Kolbeninhalt noch 5 Minuten unter häufigem Umschwenken gehalten. Da das Anwärmen 2,5 bis 5 Minuten in Anspruch nehmen kann, so wird die Ausführung der Inversion im ganzen 7,5 bis 10 Minuten lang dauern. Unter allen Umständen soll sie in 10 Minuten beendet sein.

Man benutzt ein Wasserbad mit Doppelboden, dessen runde Ausschnitte dem Kolben, der bis zum Halsansatz eingetaucht sein muß, eine sichere Lage gewähren. Eine darunter befindliche Flamme regelt die Temperatur. Nach Verlauf der 10 Minuten wird die invertierte Flüssigkeit durch Einstellen des Maßkölbchens in kaltes Wasser schnell auf + 20° C abgekühlt, und, nachdem das Thermometer unter sorgfältigem Zurückspülen der anhängenden Zuckerlösung entfernt worden, der Kolbeninhalt mit destilliertem Wasser von 20° C bis zur Marke = 100 ccm aufgefüllt, gemischt und filtriert.

Die so behandelte Zuckerlösung gelangt nach der einen oder anderen der oben gedachten Methoden zur Untersuchung.

1. Die Inversionsmethode zur Bestimmung des Rohrzuckers auf optischem Wege.

Dieselbe wurde zuerst von Clerget, dann von Tuchschmid, neuerdings von Reichhardt und Bittmann[1]), Zulkowski[2]), Meißl[3]), Herzfeld[4]) u. a. bearbeitet und dient zur Bestimmung des Rohrzuckers bei der Untersuchung von Lösungen, welche ursprünglich neben diesem noch andere optisch wirksame Körper enthalten. Die Drehung der Polarisationsebene wird durch dieselben ebenfalls beeinflußt; sie erscheint in bezug auf den vorhandenen Rohrzucker zu hoch, wenn jene Körper rechtsdrehend sind, sie wird vermindert oder aufgehoben, wenn

[1]) Zeitschrift 1882, S. 764.
[2]) Österr.-ungar. Zeitschrift 1883, S. 466.
[3]) Das. 1883, S. 475.
[4]) Zeitschrift 1890, S. 165.

dieselben die entgegengesetzte, also eine Linksdrehung besitzen. Demnach wird die Methode erforderlich, wenn Gemische von Rohrzucker mit Trauben- oder Stärkezucker oder mit sehr erheblichen Mengen Invertzucker, namentlich aber auch, wenn raffinosehaltige Stoffe zur Untersuchung vorliegen; sie ist indessen immer nur anwendbar, wenn neben dem Rohrzucker nicht mehr als ein optisch wirksamer Körper vorhanden ist.

a) Rohrzucker neben Glykose (Stärkezucker, Traubenzucker) oder neben größeren Mengen Invertzucker.

Man bestimmt zunächst in üblicher, weiter unten näher beschriebener Weise die Polarisation der unveränderten Substanz und ermittelt sodann das Drehungsvermögen der nach obenstehender Vorschrift invertierten Flüssigkeit. Man verwendet bei der Polarisation der letzteren, stark sauren Lösung nur die S. 65 beschriebene, gläserne Beobachtungsröhre mit Wassermantel und eingeführtem Thermometer und ermittelt neben dem Drehungsbetrage auch genau die Temperatur, welche die Flüssigkeit bei der Beobachtung besaß.

Man erhält hier naturgemäß eine Linksdrehung, deren Betrag, der Verdünnung wegen (das halbe Normalgewicht: 13,0 g auf 100 ccm), zu verdoppeln ist. Aus beiden Polarisationszahlen berechnet man die gesamte, durch die Inversion herbeigeführte Drehungsverminderung und führt die gefundenen Zahlenwerte in eine Rechnungsformel ein.

Dieselbe hat nur dem optischen Verhalten des Rohrzuckers Ausdruck zu geben, da durch die Inversion nur allein dieses, nicht aber auch das der vorhandenen Dextrose oder des Invertzuckers geändert wird.

Es ist festgestellt worden, daß eine reine Rohrzuckerlösung, welche bei 0° C im 200-mm-Rohr der Apparate mit Ventzkescher Skala + 100 polarisiert (26,0 g zu 100 ccm), nach völliger Inversion — 42,66 dreht, so daß die gesamte Drehungsverminderung bei 0° C = 142,66 [1]) beträgt. Wird die Beobachtung nicht bei 0° C, sondern, wie gewöhnlich, bei höherer Temperatur vorgenommen, so findet, der diesbezüglichen Eigenschaft des Invertzuckers gemäß (S. 17), eine der Höhe der Temperatur entsprechende Verminderung der Drehung statt, und zwar wird dieselbe für eine Temperaturerhöhung von je 1° C um 0,5 kleiner. Auf diesen Beobachtungen beruht die eben erwähnte, nach Clerget benannte, später von Tuchschmid verbesserte Rechnungsformel [2]).

Bezeichnet man mit S die gesamte Drehungsverminderung vor und nach der Inversion, mit T die Temperatur (in Graden nach Celsius

---

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1888, S. 699; 742.

[2]) Clerget selbst hatte die Drehungsverminderung = 144 gefunden und danach die Formel aufgestellt:

$$Z = \frac{100 \times S}{144 - (0{,}5 \times T)}.$$

ausgedrückt), welche die invertierte Lösung bei der Untersuchung zeigte, so findet man den gesuchten wahren Rohrzuckergehalt Z der ursprünglichen Lösung nach folgendem Ansatz:

$$Z = \frac{100 \times S}{142{,}66 - (0{,}5 \times T)}.$$

Mit Rücksicht auf den Einfluß, welchen die Temperaturverhältnisse auf das Drehungsvermögen des Invertzuckers ausüben, war es immer schon notwendig, daß die Polarisationen vor und nach der Inversion bei gleicher Temperatur der Flüssigkeiten ausgeführt wurden, sobald es sich um Bestimmungen des Rohrzuckers bei Gegenwart größerer Invertzuckermengen handelte, während Anwesenheit von Dextrose diese Rücksicht vor der Inversion nicht erforderte.

Die allgemeine Vorschrift, daß mit Einführung des neuen Normalgewichtes stets auch alle Zuckeruntersuchungen bei $+ 20^{\circ}$ C vorzunehmen sind, vereinfacht die obige Rechnung derart, daß die Formel nunmehr ein für allemal lautet:

$$Z = \frac{100 \times S}{142{,}66 - (0{,}5 \times 20)}$$

oder

$$Z = \frac{100 \times S}{132{,}66}.$$

(Dividiert man 100 durch 132,66, so erhält man die Zahl 0,75380, und es kann die Formel dann auch lauten:

$$Z = 0{,}75380 \times S.)$$

Beispiel I. Ein sogen. „Invertzuckersirup", ein jetzt im Handel vielfach sich findendes Gemisch aus Rohrzucker und Invertzucker, polarisierte vor der Inversion $+ 14{,}8$, nach der Inversion $- 12{,}7$. Der letztaufgeführte Betrag ist wegen der stattgehabten Verdünnung (13,0 : 100) zu verdoppeln, so daß die gesamte Drehungsverminderung S somit $14{,}8 + 25{,}4 = 40{,}2$ beträgt. Beide Flüssigkeiten zeigten bei ihrer Polarisation vorschriftsmäßig eine Temperatur T von 20° C. Mithin berechnet sich der Gehalt an Rohrzucker Z:

$$Z = \frac{100 \times 40{,}2}{142{,}66 - (0{,}5 \times 20)} = \frac{4020}{132{,}66} = 30{,}3 \text{ Proz.}$$

(oder: $Z = 0{,}75380 \times 40{,}2 = 30{,}3$ Proz.).

Beispiel II. Ein mit Glykose versetzter Rohrzuckersirup polarisierte vor der Inversion $+ 71{,}4$, nach der Inversion $+ 8{,}4$. Nach Verdoppelung des letztgenannten Betrages ergibt sich die Drehungsverminderung S zu $71{,}4 - 16{,}8 = 54{,}6$. Der Gehalt des Sirups an Rohrzucker Z ist demnach:

$$Z = \frac{100 \times 54{,}6}{142{,}66 - (0{,}5 \times 20)} = \frac{5460}{132{,}66} = 41{,}1 \text{ Proz.}$$

(oder: $Z = 0{,}75380 \times 54{,}6 = 41{,}1$ Proz.).

b) Rohrzucker neben Raffinose.

Die Untersuchung folgt genau den unter a) gegebenen Vorschriften. Die Rechnungsformel muß aber hier, anders wie unter a), neben der Änderung des optischen Verhaltens des Rohrzuckers auch die der Raffinose berücksichtigen, deren Rechtsdrehung bei der Inversion ebenfalls erheblich zurückgeht.

Während nämlich, wie oben gezeigt, eine Lösung von 26,0 g Rohrzucker zu 100 ccm Flüssigkeit im 200-mm-Rohr vor der Inversion + 100,0 dreht und bei 20° C nach der Inversion — 32,66, so dreht eine Lösung von 26,0 g wasserfreier Raffinose unter genau denselben Verhältnissen vor der Inversion + 185,2, nach der Inversion + 94,9.

Auf diesen Zahlenwerten beruht die von Herzfeld[1]) aufgestellte sogen. Raffinoseformel:

$$Z = \frac{(0{,}5124 \times P) - J}{0{,}8390},$$

worin Z = den gesuchten Gehalt an Rohrzucker, P = die Polarisation der Substanz vor der Inversion, J = die wegen der bekannten Verdünnung verdoppelte Polarisation der invertierten Lösung bedeutet. Da die Formel nur für die Temperatur von 20° C berechnet ist, hat der Ausdruck T ganz fortfallen können[2]).

Beispiel. Das Nachprodukt einer nach dem Strontianverfahren arbeitenden Raffinerie polarisierte vor der Inversion + 94,5, nach der-

---

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1890, S. 195.

[2]) Das in obiger Formel vor J befindliche Vorzeichen (—) ändert sich in das positive Vorzeichen (+), wenn die Inversionspolarisation eine Linksdrehung ergibt (— dreht), wie es meistens der Fall ist. Der Betrag J ist dann dem Werte $0{,}5124 \times P$ hinzuzuzählen, da bekanntlich zwei negative Werte einen positiven (+) Wert geben.

Die Ableitung der Formel vollzieht sich nach folgenden Gleichungen (R = Raffinose):

$$1.\quad P = Z + 1{,}852\,R.$$
$$2.\quad J = -0{,}3266\,Z + 0{,}949\,R.$$

Behufs Fortschaffung des Wertes R hat Multiplikation der Formel 1 mit $\frac{0{,}949}{1{,}852} = 0{,}5124$, darauf Subtraktion der Formel 2 zu erfolgen:

$$\begin{array}{lrcl} 3. & 0{,}5124\,P & = & 0{,}5124\,Z + 0{,}5124\,(1{,}852\,R), \\ 4. & 0{,}5124\,P & = & 0{,}5124\,Z + 0{,}949\,R, \text{ davon abzuziehen:} \\ 2. & J & = & -0{,}3266\,Z + 0{,}949\,R, \\ \hline \text{bleibt: } 5. & 0{,}5124\,P - J & = & 0{,}8390\,Z, \end{array}$$

mithin: $$6.\quad Z = \frac{0{,}5124\,P - J}{0{,}8390}.$$

Es folgt zugleich aus Gleichung 1:

$$7.\quad R = \frac{P - Z}{1{,}852}.$$

selben — 13,8. Danach berechnet sich nach vorstehender Formel ein Rohrzuckergehalt von 90,6 Proz., nämlich:

$$Z = \frac{(0{,}5124 \times 94{,}5) + (2 \times 13{,}8)}{0{,}8390} = \frac{76{,}0218}{0{,}8390} = 90{,}6.$$

2. Die Inversionsmethode zur Bestimmung des Rohrzuckers auf chemischem Wege.

Sie gründet sich auf die schon mehrfach erwähnte Eigenschaft des Invertzuckers, bzw. des invertierten Rohrzuckers, aus alkalischer Kupferoxydlösung unter Reduktion des Oxydes Kupferoxydul auszuscheiden.

Einerseits kann die Ermittelung der Gewichtsmenge des auf solche Weise ausgeschiedenen Kupferoxyduls, welches bei Einhaltung gewisser Bedingungen, der Menge des vorhanden gewesenen Zuckers entsprechend ist, zur Bestimmung des letzteren dienen, andererseits die Messung der verbrauchten Menge einer Kupferlösung von bestimmtem Wirkungswert.

Danach unterscheiden sich:

a) die gewichtsanalytische Methode,

b) die volumetrische oder Titriermethode.

Man benutzt zu diesen beiden, von Trommer zuerst empfohlenen, sodann von Barreswill, später von Fehling u. a. bearbeiteten und verbesserten Verfahren die nach letzterem benannte Fehlingsche Lösung, eine stark alkalische, tiefblaue Flüssigkeit, welche durch Vermischen von reiner Kali- oder Natronlauge mit den reinen Lösungen von schwefelsaurem Kupfer und weinsteinsaurem Natriumkalium (Seignettesalz) dargestellt wird. Das darin enthaltene Kupferoxyd erleidet durch die Einwirkung des Invertzuckers bei gewöhnlicher Temperatur allmählich, beim Erwärmen sofort die oben erwähnte Reduktion zu Kupferoxydul.

Der chemische Vorgang ist dabei der folgende: Der Invertzucker, gleich dem reinen Traubenzucker und dem Fruchtzucker, nimmt bei Gegenwart basischer Körper mit großer Leichtigkeit Sauerstoff auf, er oxydiert sich, wirkt also auf andere, mit ihm in Berührung tretende Stoffe sauerstoffentziehend oder reduzierend. Dem Kupferoxyd der Fehlingschen Lösung wird auf diese Weise ein Teil seines Sauerstoffs entzogen, und das dabei entstehende Kupferoxydul scheidet sich unter gleichzeitiger, teilweiser oder völliger Entfärbung der blauen Flüssigkeit als ein in Wasser unlösliches, rotes Pulver ab. Zum Zwecke der Wägung führt man sodann in den meisten Fällen das Oxydul in geeigneter Weise in metallisches Kupfer über, weniger genau und nur bei ganz kleinen Mengen zulässig ist die Wägung des beim Glühen des Oxyduls entstehenden Oxyds. Der Zucker selbst zerfällt durch die Aufnahme von Sauerstoff in verschiedene, gelöst bleibende Umwandlungs-

produkte, unter welchen neben einem gummiartigen Körper namentlich auch Ameisensäure und Oxalsäure beobachtet worden sind.

Wenn die Zersetzung der Kupferlösung durch den Invertzucker unter allen Umständen genau nach den Gewichtsverhältnissen einer theoretischen Formel vor sich ginge, so würde man mit Hilfe leicht zu berechnender Faktoren aus den Wägungsresultaten die in Wirksamkeit gewesene Zuckermenge für jeden Fall leicht ableiten können.

Es hat sich aber nach ausführlichen Untersuchungen [1]) herausgestellt, daß das Reduktionsvermögen des Invertzuckers gegenüber alkalischer Kupferlösung nicht konstant ist, sondern, bei sonst gleichbleibenden Umständen, mit der Größe des Überschusses an Kupferlösung in stetigem Verhältnis zunimmt. Auch die Zusammensetzung der Kupferlösung, die Zeitdauer und die Art der Erhitzung beeinflussen die Zersetzung. Indem daher von der Aufstellung konstanter Rechnungsfaktoren hat Abstand genommen werden müssen, ist auf Grund jener Bestimmungen von Herzfeld [2]) die weiter unten stehende Tabelle IV (S. 119) entworfen worden, welche jene Reduktionsunterschiede berücksichtigt und neben dem Gewichte des bei der Analyse erhaltenen oder berechneten Kupfers die demselben entsprechende Zuckermenge ohne weitere Rechnung abzulesen gestattet.

a) Die gewichtsanalytische Inversionsmethode.

Sie findet hauptsächlich Anwendung bei Untersuchung von Sirupen oder Melassen, welche größere — über 2 Proz. betragende — Mengen veränderten Zucker (Invertzucker) enthalten. Man bestimmt in solchen Fällen den Gesamtzuckergehalt als Invertzucker in der genau nach obiger Vorschrift (S. 105) invertierten Lösung und zieht den durch eine gleichzeitige, besondere Bestimmung ermittelten Invertzuckergehalt der ursprünglichen Substanz von der Gesamtmenge ab. Der verbleibende Rest ist diejenige Menge, welche ursprünglich als Rohrzucker in dem untersuchten Produkt enthalten war.

Die Ausführung erfordert zunächst die S. 105 beschriebene Inversion von 13,0 g der zu untersuchenden Substanz und Auffüllung der Lösung zu 100 wahren Cubikcentimetern Flüssigkeit bei 20° C. Man bringt 50 ccm des Filtrats mittels einer Pipette in eine 1000 ccm fassende Maßflasche, einen Literkolben, und füllt mit destilliertem Wasser von 20° C zur Marke auf. Von der gut gemischten Flüssigkeit werden 25 ccm = **0,1625 g** der ursprünglichen Substanz zum Zwecke der Fällung mittels Pipette in einen Becherkolben von etwa 250 ccm Fassungsraum gebracht, zunächst mit 25 ccm vorschriftsmäßig bereiteter Natriumcarbonatlösung [3]), behufs Abstumpfung der freien, von der In-

[1]) Soxhlet, Chem. Zentralblatt 1878, S. 221. Preuß, Zeitschrift 1888, S. 727. Rodewald u. Tollens, Ber. d. deutsch. chem. Ges. 1878, S. 2076.

[2]) Zeitschrift 1888, S. 715 und 1890, S. 786.

[3]) 1,7 g wasserfreies Natriumcarbonat in 1000 ccm Wasser gelöst.

version herrührenden Salzsäure, sodann mit 50 ccm frisch gemischter Fehlingscher Kupferlösung[1]) versetzt und möglichst schnell zum Kochen erhitzt. Man nimmt dies Erhitzen auf einer über einem Drahtnetz liegenden Platte von Asbestpappe vor, welche mit einem runden, 6,5 cm im Durchmesser haltenden Ausschnitt versehen ist, und regelt die Erhitzung durch geeignete Flammengröße derart, daß das Anwärmen bis zum Eintreten lebhaften Aufkochens nicht länger als $3^1/_2$ bis 4 Minuten dauert. Bei verkleinerter Flamme hält man die Flüssigkeit dann noch **genau 3 Minuten lang im Kochen**, entfernt die Flamme

Fig. 42.

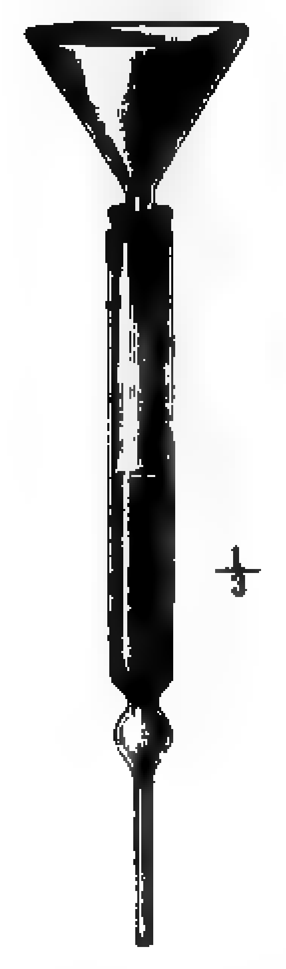


Fig. 43.

Fig. 44.

und fügt sofort 100 ccm kaltes, vorher durch Aufkochen luftfrei gemachtes, destilliertes Wasser hinzu. Durch die entstehende Abkühlung werden weitergehende Zersetzungen der Kupferlösung verhindert.

Das infolge der stattgehabten Reduktion reichlich abgeschiedene rote Kupferoxydul wird ohne jeden Verzug auf einem Filter gesammelt und demnächst durch geeignete Weiterbehandlung in metallisches Kupfer übergeführt. Mit der Wägung des letzteren ist die Untersuchung beendet.

---

[1]) Die Fehlingsche Kupferlösung hält man nicht in fertigem Zustande vorrätig, sondern mischt die nach den im Anhange gegebenen Vorschriften bereiteten Auflösungen ihrer Bestandteile: eine alkalische Lösung von Kaliumnatriumtartrat und eine Kupfersulfatlösung, in der benötigten Menge erst unmittelbar vor dem Gebrauch zusammen.

Man benutzt bei Ausführung dieses Verfahrens sehr zweckmäßig ein Soxhletsches Asbestfilter, welches Fig. 42 in $^1/_3$ der natürlichen Größe darstellt. Man versieht die aus schwer schmelzbarem Glase gefertigte Röhre innen an ihrer Verengerung mit einem ganz kleinen, fein durchlöcherten Trichterchen aus Platinblech (Platinkonus), bringt auf dasselbe eine mäßig fest gedrückte Schicht von langfaserigem, ausgeglühtem Asbest, wäscht wiederholt, um kleine, lose liegende Asbestfasern zu entfernen, in der unten beschriebenen Weise unter Benutzung der Saugpumpe mit Wasser aus, verdrängt den Rest desselben schließlich durch etwas absoluten Alkohol und Äther, trocknet die Röhre, anfänglich im Trockenschranke, danach durch mäßiges Erhitzen über der Flamme, läßt im Exsikkator erkalten (Fig. 43) und bestimmt ihr Gewicht.

Man legt sie zu diesem Zwecke in einen aus Aluminiumdraht hergestellten Halter (Fig. 44), welcher in den Haken der einen Wagschale eingehängt wird. Am einfachsten notiert man das Gesamtgewicht der ganzen Vorrichtung, Röhre mit Halter. Die Röhre wird, wie Fig. 48 (S. 116) zeigt, jedoch zunächst ohne den Glastrichter, mittels eines gut schließenden Gummipfropfens, auf einem starkwandigen Gefäße befestigt, welches andererseits mit einer Luftpumpe oder einer anderen Saugvorrichtung in Verbindung steht. Die Figur zeigt als solche eine sogen. Wasserstrahlluftpumpe[1]).

Sobald in der oben beschriebenen Weise die Fällung des Kupferoxyduls beendet ist, gibt man die Filtrierröhre halb voll Wasser, setzt

[1]) Wasserstrahlluftpumpen. Zum schnellen Filtrieren (Filtrieren unter Druck), zum Absaugen von Flüssigkeiten oder zur Herstellung luftverdünnter Räume benutzt man mit Vorteil die in vielfachen Konstruktionen vorhandenen Wasserstrahlluftpumpen. Die Wirkung derselben beruht entweder auf dem Gewichte einer schwach bewegten, hängenden Wassersäule von geringem Querschnitte, oder darauf, daß bei dem Hindurchströmen von Wasser durch eine sich unten erweiternde Röhre der Druck in dem unteren, weiteren Teile geringer ist als in dem oberen engen. Durch diesen Druckunterschied wird Luft angesogen und mitgeführt.

Die Apparate nach dem ersten System bedingen ein hohes Gefälle, ein Fallrohr von etwa 10 m Länge, die nach dem zweiten System Wasserdruck.

Durch einfache Aufstellung und Handhabung zeichnet sich die zur letzteren Gattung gehörige Wasserstrahlluftpumpe von Körting aus, von welcher Fig. 47 den Durchschnitt, Fig. 48 die Ansicht zeigt. Bei *A* tritt in möglichst gerader Zuführung das Wasser der Leitung ein, saugt beim Austritt aus der nur 3 mm weiten unteren Öffnung die Luft aus *B* an und führt sie durch das Abflußrohr *C* mit sich fort. Der bei *C* übergeschobene Schlauch, welcher ganz kurz sein darf, muß unter Wasser ausmünden, ist also in ein kleines Gefäß zu leiten, welches im Ablaufbecken steht und von dem ausströmenden Wasser gefüllt gehalten wird. Die übrige Aufstellung und die Art und Weise der Benutzung wird durch Fig. 48 hinlänglich erläutert; um den Apparat in Tätigkeit zu setzen, hat man nur nötig, den Wasserhahn voll zu öffnen, die erzeugte Luftverdünnung wird sodann in einfachster Weise durch das Manometer angezeigt.

den kleinen Trichter auf, läßt die Pumpe wirken und füllt den Trichter mit der zu filtrierenden Flüssigkeit an. Sie wird bei sachgemäßer, nicht zu dichter Packung der Filtrierschicht in starkem Strahle abgesaugt, und während man ununterbrochen nachgießt, bleibt alles Kupferoxydul in und auf dem oberen Teile der Asbestschicht zurück. Mit Spritzflasche (Fig. 45) und mit Hilfe einer passend geschnittenen Federfahne (Fig. 46) bringt man den Niederschlag verlustlos dazu, spült mit heißem Wasser nach und wäscht, zuletzt bei abgenommenem Trichter, vollständig aus. Nach tunlichstem Absaugen des Wassers gibt man schließlich zur Entfernung der letzten Anteile desselben wiederholt etwas Alkohol, zuletzt einige Cubikcentimeter Äther nach, saugt trocken, stellt die Pumpe ab und bringt behufs Verdunstung der noch vorhandenen Ätherreste die Röhre kurze Zeit in den erwärmten Trockenschrank. Die Dauer der ganzen Filtration währt auf diese Weise nur wenige Minuten; nach dem Trocknen kann das Kupferoxydul sofort reduziert werden.

Fig. 45.

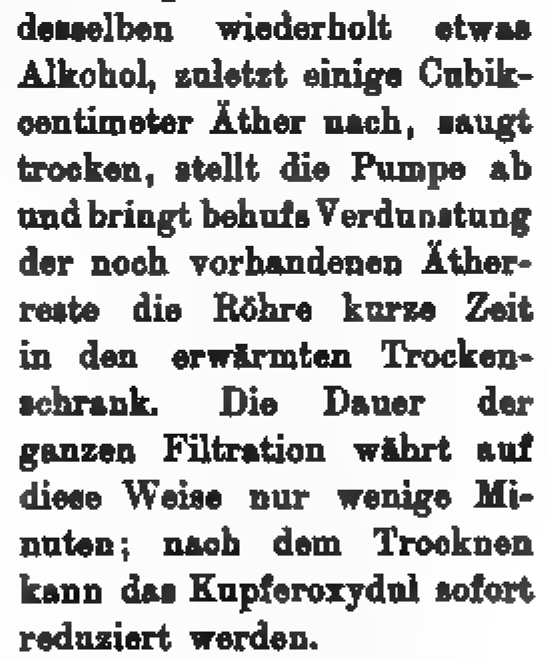


Fig. 46.

Diese Reduktion wird durch Überleiten von reinem und trockenem Wasserstoffgase bewirkt, während man gleichzeitig das Oxydul zum schwachen Glühen erhitzt. Der Sauerstoff desselben vereinigt sich in der Hitze mit dem Wasserstoff zu Wasser, welches dampfförmig entweicht, während metallisches Kupfer zurückbleibt.

Einen zweckmäßigen Apparat dazu zeigt Fig. 49 (S. 117). In *A* wird das Wasserstoffgas entwickelt; der innere, unten verengte und offene Zylinder enthält grobgekörntes Zink, der äußere verdünnte Schwefelsäure [1]); nach Öffnung des Glashahnes steigt die Säure in den inneren Zylinder, und sofort beginnt eine stetige Gasentwicklung, die man durch größeres oder geringeres Öffnen des Glashahns regelt. Das Gas wird zunächst in *B* gewaschen, von mitgerissener Säure befreit (die aufsteigenden Gasblasen zeigen gleichzeitig den Gang der Gasentwicklung an), in *C* über Chlorcalcium getrocknet und kann dann frei von Feuchtigkeit in die mit dem Apparate verbundene Filtrierröhre *D* eintreten.

---

[1]) 1 Tl. konzentrierter Schwefelsäure unter Umrühren in 10 Tle. Wasser gegossen.

Man erhitzt zunächst das Oxydul, ohne F mit D zu verbinden, wobei es sich unter Schwärzung zu Oxyd umwandelt, während etwa mit dem Oxydul ausgefallene organische Stoffe verbrennen, läßt erkalten und leitet dann erst unter erneuter Erhitzung Wasserstoffgas hindurch.

Die Reduktion ist beendet, wenn in dem unteren Ende der abwärts geneigten Röhre kein Anflug von Feuchtigkeit mehr sichtbar ist und das bei E austretende Gas sich entzünden läßt und fortbrennt [1]).

Fig. 47.

A

B

C

Unmittelbar darauf löscht man die Wasserstoffflamme (durch ein kurzes Zusammendrücken des Gummischlauches zwischen C und D), entfernt den Gasbrenner, läßt die Röhre im Wasserstoffstrome erkalten und wägt abermals. Das Mehrgewicht ist Kupfer [2]).

An Stelle der Asbestfilterröhren, welche ohne die in manchen Laboratorien fehlende Saugevorrichtung nicht anwendbar sind, lassen sich ohne Bedenken Papierfilter benutzen. Man filtriert in solchem Falle die heiße Flüssigkeit durch ein, wie üblich, im Glastrichter befindliches Filter von sehr gutem Filtrierpapier, bringt mit Spritzflasche und Federfahne den Niederschlag ohne Verlust darauf und wäscht, anfänglich mit kaltem, später mit

[1]) Bekanntlich verbrennt ein angezündetes Gemisch von Wasserstoffgas und freies Sauerstoffgas enthaltender atmosphärischer Luft unter heftiger und gefahrvoller Explosion. Man darf deshalb die Entzündung des austretenden Gases bei E nicht früher versuchen, ehe nicht die den ganzen Apparat anfänglich füllende atmosphärische Luft durch das in A entwickelte Wasserstoffgas vollständig verdrängt worden ist. Man läßt, um diesen Umstand festzustellen, das aus E tretende Gas eine halbe Minute lang in ein leeres, senkrecht mit der Öffnung nach unten gehaltenes Reagenzrohr einströmen und entzündet dann, ohne die senkrechte Lage des Rohres zu verändern, die kleine, in derselben angesammelte Gasmenge. War es ein noch explosives Gemisch, war die atmosphärische Luft also noch nicht völlig aus dem Apparate verdrängt gewesen, so erfolgt bei der Entzündung ein schwacher, aber völlig gefahrloser Knall. Ein solcher ist nicht wahrnehmbar, wenn das ausgetretene Gas bereits aus reinem Wasserstoff bestand. Erst wenn die Entzündung des im Reagenzrohre aufgefangenen Gases ohne Knall erfolgt, darf auch das Gas bei E angezündet werden.

[2]) Die Reinigung gebrauchter Asbestfilterröhren geschieht derart, daß man die Asbestschicht mit konzentrierter Salpetersäure befeuchtet, welche, schwach erwärmt, das aufgenommene Kupfer sofort löst. Man fügt etwas Wasser hinzu, saugt, wie oben, die Lösung ab, wäscht mit heißem Wasser

heißem Wasser so lange aus, bis die zuletzt farblos ablaufende Flüssigkeit rotes Lackmuspapier nicht mehr bläut, die alkalische Reaktion der Kupferlösung somit vollständig verschwunden ist. Das Filter mit dem Niederschlage wird vorsichtig zusammengelegt und ohne weiteres Trocknen in einem vorher ausgeglühten und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogenen Platinschälchen (Fig. 50 a. S. 118) bis zur völligen Veraschung des Papiers (und etwaiger mit dem Kupferoxydulniederschlag ausgeschiedener, organischer Stoffe) erhitzt, am besten in der Platinmuffel, sonst über freier Flamme auf einem mit Platindrähten bezogenen Glühgestell (Fig. 51 a. S. 118).

Das Filter selbst hinterläßt eine kleine Menge Asche, deren Betrag vorher ermittelt worden und von dem Gesamtgewicht demnächst in Abzug zu bringen ist[1]), das Kupferoxydul geht durch Sauerstoffaufnahme in Kupferoxyd über, welches auch hier zum Zwecke der Wägung zu metallischem Kupfer reduziert wird.

Es dient dazu der ursprünglich von Rose angegebene, von uns dem vorliegenden Falle angepaßte Apparat Fig. 51.

---

vollständig aus, zuletzt mit wenig Alkohol nach, trocknet und glüht und bewahrt die Röhre, welche somit für sofortige, abermalige Benutzung vorbereitet ist, im Exsikkator auf.

[1]) Man hält für genaue, quantitative Arbeiten rund geschnittene Filter von möglichst aschefreiem, dichtem, aber doch gut durchlässigem Filtrierpapier in verschiedenen Größen — zumeist werden solche von 18 cm und 9 cm Durchmesser benutzt — vorrätig und ermittelt deren Aschegehalt ein für allemal.

Man verbrennt zu diesem Zwecke sechs bis acht Filter in oben angegebener Weise, wägt die zurückgebliebene Gesamtasche und berechnet daraus das Gewicht der Asche für ein einzelnes Filter. Den Betrag dieser „Filterasche" bringt man dann bei Wägungen von Niederschlägen, welche mit einem derartigen Filter verascht worden sind, in Abzug.

Das benutzte Platinschälchen erhält einen besonders zu diesem Zwecke hergestellten, in der Mitte gewölbten und mit einem runden Loche versehenen, gut aufliegenden Deckel von Platina *P*, während die aus Porzellan gefertigte Röhre *R* mit dem Wasserstoffentwicklungsapparate (Fig. 49, *A*, *B* und *C*) verbunden ist, und zwar mittels des Gummischlauches *F*, welcher das getrocknete Gas aus *C* abführt.

Nachdem man sich über die Reinheit des Gases nach Anmerkung 2, S. 115, vergewissert hat, entzündet man es bei *S*, erhitzt das Schälchen

Fig. 49.

zum Glühen und senkt die Röhre *R* mittels der Muffe *M*, bis die kleine Porzellanscheibe *S* die Öffnung des Platindeckels schließt. In wenigen Minuten ist das schwarze Oxyd in rotes Kupfer übergeführt; man entfernt alsdann die Gasflamme, löscht durch ein kurzes Zusammendrücken des Schlauches *F* auch die Flamme des außen um den Deckel brennenden Wasserstoffgases, läßt im Wasserstoffstrome erkalten und wägt.

Die auf diese Weise oder mit dem Asbestfilter ermittelte Kupfermenge entspricht genau der in 0,1625 g angewandter Substanz nach stattgehabter, vollständiger Inversion enthaltenen Menge Invertzuckers, die nun auf die ursprünglich vorhanden gewesene Rohrzuckermenge umzurechnen wäre. Dieser Umrechnung sowie auch der Prozentberechnung wird man überhoben durch den Gebrauch der Tabelle IV, S. 119, welche ohne weiteres den Gehalt an Rohrzucker in Prozenten der angewandten Substanz ablesen läßt, der dem ermittelten Kupferbetrage entspricht.

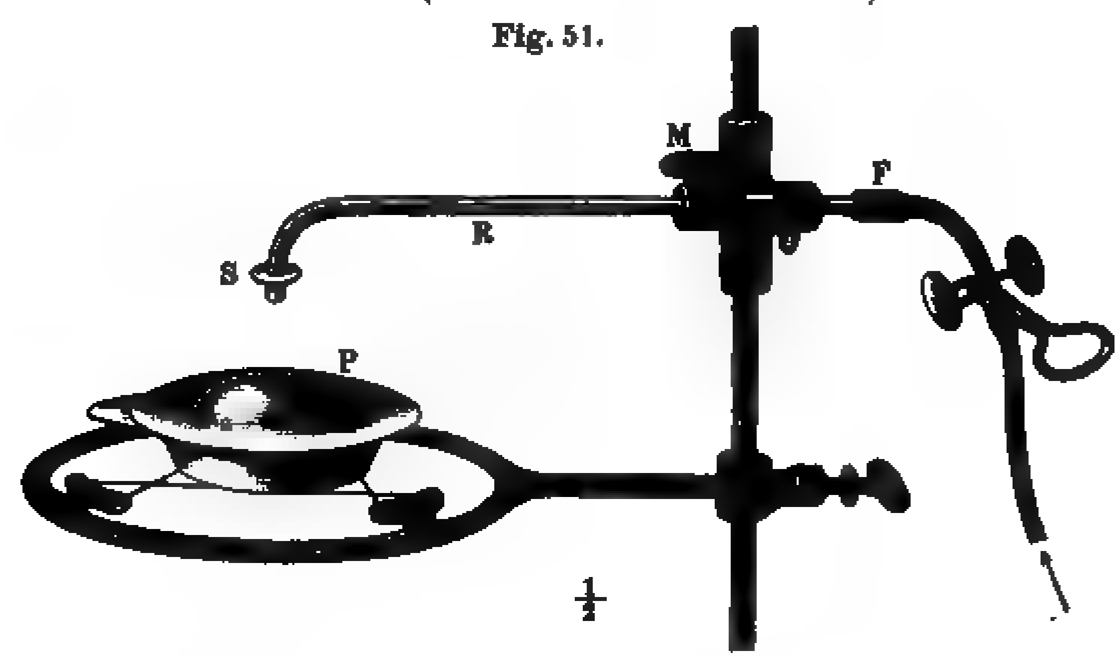
Beispiel. Bei der Ermittelung des Gesamtzuckergehaltes eines stark invertzuckerhaltigen Kandissirups sind 13,0 g Sirup mit 75 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure von 1,188 spez. Gew. im 100-ccm-Kölbchen nach S. 105 invertiert worden. Von der bis zur Marke aufgefüllten und gut gemischten Lösung (= 100 ccm) sind 50 ccm zu 1 Liter Flüssigkeit verdünnt und 25 ccm der letzteren (= 0,1625 g Sirup) nach Zusatz von 25 ccm Natriumcarbonatlösung mit 50 ccm Fehlingscher Lösung drei Minuten lang gekocht. Nach Zusatz von 100 ccm kaltem Wasser ist der Niederschlag auf einem Asbestfilter gesammelt, getrocknet und zu metallischem Kupfer reduziert worden:

Fig. 50.

Asbeströhre mit Kupfer, nebst Drahthalter . . .	31,628 g
„ ohne „ „ „ . . .	31,436 g
mithin Kupfer	0,192 g.

Nach der Tabelle entsprechen: 0,192 g oder 192 mg Kupfer 59.72 Proz. Gesamtzucker (als Rohrzucker berechnet).

Fig. 51.



Eine gleichzeitig vorgenommene Bestimmung der in dem untersuchten Sirup ursprünglich enthaltenen Menge Invertzuckers ergab 2,40 Proz., welcher Betrag in obenstehender Zahl für „Gesamtzucker", aber auf Rohrzucker berechnet, mit enthalten ist und in Abzug gebracht werden müßte, wenn man den ursprünglichen Gehalt an Rohrzucker allein zu haben wünscht[1]).

[1]) Die Methode ist in den Ausführungsbestimmungen zum Gesetz vom 27. Mai 1896, die Besteuerung des Zuckers betreffend, vorgeschrieben bei der Ermittelung des Quotienten von Zuckerabläufen, sofern deren Gehalt an Invertzucker größer ist als 2 Proz. Die Steuerbehörde nimmt indessen, der gesetzlichen Vorschrift gemäß, den oben erwähnten Abzug des Invertzuckers nicht vor, sondern zieht ohne weiteres den ermittelten Gesamtzuckergehalt zur Berechnung des Quotienten heran.

Tabelle IV,

zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden Rohrzuckergehaltes in Prozenten aus der gefundenen Kupfermenge bei drei Minuten Kochdauer und 0,1625 g Substanz (Herzfeld).

Kupfer mg	Rohrzucker Proz.	Kupfer mg	Rohrzucker Proz.	Kupfer mg	Rohrzucker Proz.	Kupfer mg	Rohrzucker Proz.	Kupfer mg	Rohrzucker Proz.
79	24,57	117	36,10	155	47,93	193	60,04	231	72,52
80	24,87	118	36,41	156	48,25	194	60,36	232	72,85
81	25,17	119	36,71	157	48,56	195	60,69	233	73,18
82	25,47	120	37,01	158	48,88	196	61,01	234	73,51
83	25,78	121	37,32	159	49,19	197	61,33	235	73,85
84	26,08	122	37,63	160	49,50	198	61,65	236	74,18
85	26,38	123	37,94	161	49,82	199	61,98	237	74,51
86	26,68	124	38,25	162	50,13	200	62,30	238	74,84
87	26,98	125	38,56	163	50,45	201	62,63	239	75,17
88	27,29	126	38,87	164	50,76	202	62,95	240	75,50
89	27,59	127	39,18	165	51,08	203	63,28	241	75,83
90	27,89	128	39,49	166	51,40	204	63,60	242	76,17
91	28,19	129	39,80	167	51,72	205	63,93	243	76,51
92	28,50	130	40,11	168	52,04	206	64,26	244	76,84
93	28,80	131	40,42	169	52,35	207	64,58	245	77,18
94	29,10	132	40,73	170	52,67	208	64,91	246	77,51
95	29,40	133	41,04	171	52,99	209	65,23	247	77,85
96	29,71	134	41,35	172	53,31	210	65,56	248	78,18
97	30,02	135	41,66	173	53,63	211	65,89	249	78,52
98	30,32	136	41,98	174	53,95	212	66,22	250	78,85
99	30,63	137	42,29	175	54,27	213	66,55	251	79,19
100	30,93	138	42,60	176	54,59	214	66,88	252	79,53
101	31,24	139	42,91	177	54,91	215	67,21	253	79,88
102	31,54	140	43,22	178	55,23	216	67,55	254	80,22
103	31,85	141	43,53	179	55,55	217	67,88	255	80,56
104	32,15	142	43,85	180	55,87	218	68,21	256	80,90
105	32,45	143	44,16	181	56,19	219	68,54	257	81,24
106	32,76	144	44,48	182	56,51	220	68,87	258	81,59
107	33,06	145	44,70	183	56,83	221	69,20	259	81,93
108	33,36	146	45,10	184	57,15	222	69,53	260	82,27
109	33,67	147	45,42	185	57,47	223	69,87	261	82,61
110	33,97	148	45,73	186	57,79	224	70,20	262	82,95
111	34,27	149	46,05	187	58,11	225	70,53	263	83,30
112	34,58	150	46,36	188	58,43	226	70,86	264	83,64
113	34,88	151	46,68	189	58,75	227	71,19	265	83,98
114	35,19	152	46,99	190	59,07	228	71,53	266	84,32
115	35,49	153	47,30	191	59,39	229	71,86		
116	35,80	154	47,62	192	59,72	230	72,19		

Da 95 Gew.-Tle. Rohrzucker bei der Inversion 100 Gew.-Tle. Invertzucker geben [1]), so erhält man den Gehalt an Rohrzucker, wenn man die betreffende Menge Invertzucker mit 0,95 multipliziert oder, was dasselbe ist, um den zwanzigsten Teil verkleinert. Da $2,40 \times 0,95 = 2,28$, so ist dieser Betrag von der Menge des Gesamtzuckers abzusetzen:

$$59,72 - 2,28 = 57,44;$$

mithin würden 57,44 Proz. als diejenige Menge Rohrzucker verbleiben, welche neben 2,40 Proz. Invertzucker in dem untersuchten Sirup ursprünglich vorhanden gewesen sind.

b) Die volumetrische oder Titriermethode zur Bestimmung des Rohrzuckers.

Dieselbe ermittelt, wieviel von der invertierten Zuckerlösung erforderlich ist, um eine gewisse Menge Kupferlösung von bestimmtem, vorher festgestelltem Wirkungswert vollständig zu zersetzen.

Der bei der Erhitzung gleichwertiger Mengen von Invertzuckerlösung und alkalischer Kupferoxydflüssigkeit stattfindende chemische Vorgang bewirkt einerseits den vollständigen Zerfall des vorhandenen Zuckers, andererseits die Ausscheidung des gesamten Kupfers in Form eines in Wasser unlöslichen, roten Niederschlages von Kupferoxydul. Diese Ausscheidung hat naturgemäß auch die allmähliche Entfärbung der ursprünglich tiefblauen Flüssigkeit zur Folge, womit gleichzeitig die Beendigung der Reduktionsvorgänge sich ankündigt. Die Vollendung derselben wird vermittelst einer Reaktion von gelbem Blutlaugensalz auf Kupferlösung erkannt und festgestellt.

Der Wirkungswert der Fehlingschen Kupferlösung, welche man aus gleichen Raumteilen der beiden Flüssigkeiten „F I" (blau) und „F II" (weiß) kurz vor dem Versuche zusammenmischt (s. Anhang), wird auf eine zu diesem Zwecke in folgender Weise bereitete Invertzuckerlösung gestellt.

Man fügt in einem 100-ccm-Kölbchen zu der Lösung von 9,50 g chemisch reinem Rohrzucker [2]) 5,0 ccm Salzsäure und invertiert nach den Vorschriften auf S. 105. Die abgekühlte, mit Wasser verdünnte und bei 20° C bis zur Marke aufgefüllte, gut gemischte Flüssigkeit enthält nunmehr (infolge der bekannten Umsetzung) 10,0 g Invertzucker. Man bringt 50 ccm derselben (= 5,0 g Invertzucker) mittels Pipette in einen Literkolben, fügt zur Neutralisierung der Salzsäure so viel Natriumcarbonatlösung hinzu, bis ein hineingeworfenes Stückchen Lackmuspapier sich blau färbt, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke und mischt.

Die Lösung enthält in je 1 ccm = 0,005 g Invertzucker; zum Gebrauche wird sie in eine in $^1/_{10}$ ccm geteilte Quetschhahnbürette (Fig. 52) gefüllt.

---

[1]) Es tritt bekanntlich 1 Mol. Wasser hinzu (s. S. 15).

[2]) Die Herstellung desselben ist im Anhange gegeben.

Man mißt nun mittels einer sehr genauen Pipette 25 ccm Lösung „F I“ (blau) in eine halbtiefe Porzellanschale (von 14 cm Durchmesser), fügt die gleiche Menge Lösung „F II“ (weiß) hinzu, = 50 ccm Fehlingscher Lösung, sowie 50 ccm destilliertes Wasser, erhitzt auf untergelegtem Asbestring bis zum Kochen und läßt aus der Bürette langsam und in Zwischenräumen, während welcher unter lebhaftem Rühren mit einem Glasstabe stets aufs neue gekocht wird, so lange von der Invertzuckerlösung hinzufließen, bis man nach dem Absitzen des Niederschlages beobachtet, daß die blaue Farbe der Flüssigkeit zu verschwinden beginnt.

Fig. 52.

Diese Beobachtung verfolgt man durch eine qualitative Prüfung auf noch gelöstes Kupfer. Man bringt einige Tropfen einer frisch bereiteten, kalt gesättigten und mit Essigsäure stark angesäuerten Lösung von Ferrocyankalium (gelbem Blutlaugensalz) auf ein Stück trockenes, weißes Filtrierpapier und setzt, mittels des Glasstabes, einen Tropfen der heißen Flüssigkeit so neben den durch die Blutlaugensalzlösung erzeugten nassen Fleck, daß beide Flüssigkeiten sich in dem Papier ineinanderziehen. Bleibt die Berührungsstelle ungefärbt, so war Invertzuckerlösung bereits im Überschusse zugesetzt worden; die Flüssigkeit ist dann ohne weiteres zu beseitigen und der Versuch unter Zusatz von etwas weniger Zuckerlösung zu wiederholen. Färbt sich aber die Berührungsstelle durch Entstehung eines rotbraunen Niederschlages (von Ferrocyankupfer), welcher sich, zuletzt nur noch in Form eines ganz feinen Striches, namentlich dann zeigt, wenn man das Papier gegen das Licht hält, so ist unzersetzte Fehlingsche Lösung noch vorhanden und ein weiterer Zusatz von Invertzuckerlösung erforderlich. In diesem Falle wird aus der Bürette, unter fortwährendem Wiederaufkochen der Flüssigkeit, tropfenweise

noch so viel Zuckerlösung hinzugefügt, bis man den Punkt erreicht, wo bei möglichst kleinem Überschusse von Zuckerlösung die Reaktion auf Kupfer sich nicht mehr zeigt. Der Verbrauch an Invertzuckerlösung wird festgestellt und durch einen zweiten und dritten ganz gleichartigen Versuch bestätigt. Man beachte, daß die blaue Lösung „F I" stets in genau gleicher Weise abgemessen wird, d. h. daß die benutzte Pipette in gleicher Weise ausläuft und stets dieselbe Tropfenzahl nachfließen läßt.

Da, wie oben ersichtlich, 1 ccm der Zuckerlösung 0,005 g Invertzucker enthält, so würden beispielsweise bei stattgehabtem Verbrauch von 48,6 ccm Zuckerlösung 48,6 × 0,005 = 0,2430 g Invertzucker zur völligen Zersetzung der angewandten 50 ccm Fehlingscher Lösung erforderlich gewesen sein.

Die Ausführung von Zuckerbestimmungen nach dieser Methode ist der oben beschriebenen Titerstellung durchaus gleichartig.

Man invertiert die zu untersuchende rohrzuckerhaltige Substanz (13,0 g : 100 ccm) genau nach S. 105, bringt von der Flüssigkeit 50 ccm mittels Pipette in einen Literkolben, neutralisiert mit Natriumcarbonatlösung, stellt mit destilliertem Wasser bis zur Marke ein, mischt und füllt mit dieser Invertzuckerlösung die Bürette.

In die Porzellanschale kommen je 25,0 ccm der Lösungen „F I" und „F II" = 50 ccm Fehlingscher Lösung und ebensoviel Wasser; man erhitzt zum Kochen und verfährt in bezug auf Zusatz der Zuckerlösung und der Schlußprüfung mittels Blutlaugensalzlösung genau wie oben angegeben.

Beispiel. 13,0 g Sirup sind invertiert = 100 ccm Flüssigkeit, davon 50 ccm (= 6,5 g Sirup) zu 1000 ccm verdünnt. Mithin entspricht 1,0 ccm dieser Flüssigkeit = 0,0065 g des ursprünglich zur Untersuchung genommenen Sirups.

Die abgemessenen 50 ccm Fehlingscher Lösung, welche bei der Titerstellung = 0,2430 g Invertzucker zur völligen Zersetzung erforderten, beanspruchten jetzt einen Zusatz von 66,8 ccm Zuckerlösung.

Diese 66,8 ccm, welche demnach ebenfalls 0,2430 g Invertzucker enthalten müssen, entsprechen aber 66,8 × 0,0065 = 0,4342 g des zur Untersuchung verwendeten Sirups.

Das gibt nach dem Ansatze:

$$0{,}4342 : 0{,}2430 = 100 : x,$$
$$x = 55{,}96 \text{ Proz. Invertzucker}$$

in dem untersuchten Sirup nach dessen Inversion.

Da, wie oben gezeigt, zur Bildung von 1,0 Tl. Invertzucker aber 0,95 Tle. Rohrzucker erforderlich sind, so entsprechen den gefundenen Invertzuckerprozenten 55,96 × 0,95 = 53,16 oder abgerundet 53,2 Proz. Rohrzucker.

Dieser Betrag, 53,2 Proz., ist demnach der Gehalt des untersuchten Sirups an Rohrzucker.

Was die Anwendung der in dem vorstehenden Abschnitte beschriebenen Methoden zur quantitativen Zuckerbestimmung betrifft, so wird die Natur des zu untersuchenden Stoffes sowie die größere oder geringere Anforderung an Genauigkeit und Schnelligkeit die Wahl des einen oder anderen Verfahrens bestimmen.

Die im folgenden Abschnitte enthaltenen Vorschriften zur „Ausführung der Untersuchungen" geben für jeden einzelnen Fall Auskunft darüber und es wird, hierauf gestützt, dem verständigen Arbeiter nicht schwer fallen, bei außergewöhnlichen, dort nicht in Betracht gezogenen Verhältnissen diejenige Methode herauszufinden, welche seinem jeweiligen Zwecke am besten, sichersten und schnellsten dient.

Ausführung der Untersuchungen.

1. Zucker.

A. Bestimmung des Zuckergehaltes. (Rohrzucker oder Saccharose.)

a) Bei Abwesenheit anderer optisch wirksamer Stoffe.
b) Bei Gegenwart sonstiger rechtsdrehender Stoffe (Glykose, Raffinose).
c) Bei Gegenwart linksdrehender Stoffe (Invertzucker).

Bei den Untersuchungen nach der polarimetrischen Methode ist unter allen Umständen darauf zu achten und als eine Grundbedingung zur Erlangung richtiger Werte festzuhalten, daß die **Temperatur der Untersuchungsräume und sämtlicher darin benutzter Apparate** (Polarimeter, Quarzplatten, Wagen und Glasgeräte) **sowie der zu untersuchenden Proben, des Bleiessigs und des zum Auflösen und Auffüllen dienenden Wassers andauernd die gleiche ist.** Diese Temperatur soll nach den Beschlüssen der mehrerwähnten internationalen Kommission $+20^0$ C betragen [1]).

Zu den Untersuchungen sind nur solche Meßgeräte (Maßkolben, Pipetten, Büretten) zulässig, deren Marke oder Teilung wahren Cubikcentimetern entspricht und die mit Wasser von $+20^0$ C ausgewogen sind $\left(=\frac{20^0}{4^0}\right)$.

a) Bestimmung des Rohrzuckergehaltes bei Abwesenheit anderer optisch wirksamer Stoffe [2]).

Mittels einer guten chemischen Wage, welche ein Milligramm Mehrbelastung noch deutlich angibt, wägt man von dem sorgfältig

---

[1]) Über Einfluß der Temperatur auf die Polarisation (s. Herzfeld, Zeitschrift 1899, II, S. 1; Wiley, das. 1899, S. 431; ferner Wiechmann, das. 1900, S. 902, und Wiley, das. 1900, S. 823; Wiley und Bryan, das. 1909, S. 916).

Schönrock (Zeitschrift 1900, S. 110): „Stellt man die Normalzuckerlösung bei 20^0 her, polarisiert dieselbe aber bei abweichender Temperatur $(= t)$ in einem Apparat, dessen Keilkompensation gleichfalls die Temperatur t besitzt, so genügt es immer, wenn t nahe bei 20^0 liegt, zu der in Graden Ventzke gefundenen Ablesung die Größe $0{,}065 \times (t - 20)$ hinzu zu addieren, um den wirklichen Hundertpunkt des Apparates bei 20^0 zu erhalten."

[2]) Die Angaben dieses Abschnittes beziehen sich auf die in üblicher Weise hergestellten, gesunden Produkte der Rübenzuckerfabriken und der einheimischen Raffinerien.

gemischten Muster, welches durchaus keine Klümpchen und harten, ungleichartigen Stücke enthalten soll, die zu einer Polarisation erforderliche Menge genau ab[1]).

Man bedient sich dazu in sehr geeigneter Weise eines dünnen, glatten, muldenförmig zusammengebogenen Kupferbleches von 12 bis 15 cm Länge und 8 cm Breite, dessen Tara man ein für allemal ermittelt und dem man ein möglichst einfaches Gewicht — etwa 20,0 g — gibt, was durch entsprechendes Abschneiden kleiner Streifchen leicht zu erreichen ist.

Das Gewicht dieses Kupferbleches ist fast unveränderlich, wenn dasselbe reinlich und trocken gehalten wird.

Die für die Polarisation abzuwägenden Normalmengen sind je nach der Konstruktion der Apparate verschieden.

Man wägt beim Gebrauche

deutscher Apparate (mit Ventzkescher Skala) 26,000 g Zucker,
französischer Apparate (Apparat Laurent) 16,290 g Zucker

ab und liest bei der Anwendung dieser Mengen, je zu 100 wahren Cubikcentimetern Flüssigkeit mit Wasser von 20° C gelöst, und bei Benutzung einer Beobachtungsröhre von 200 mm Länge auf der Skala beider Apparate demnächst ohne jede weitere Rechnung den entsprechenden Zuckergehalt in Gewichtsprozenten ab[2]).

Es werden den Apparaten solche Normalgewichtsstücke beigegeben, welche mit den betreffenden Zahlen bezeichnet sind und genau die angegebene Schwere besitzen.

Man wägt möglichst schnell, um jede Veränderung des Zuckers durch Abdunsten oder Anziehen von Wasser zu vermeiden, bedient sich, wenn gegen den Schluß der Wägung nur noch kleine Krümchen Zucker mehr oder weniger erforderlich sind, am besten der Finger, da vom Löffel oder Spatel die oft klebrigen Teilchen schwierig abzuschütteln sind, und bringt sofort nach beendeter Wägung den Zucker in das Maßkölbchen, und zwar vermittelst eines kleinen, glatten, durch ein geeignetes Stativ über das Kölbchen gehaltenen Trichters von Neusilber (Fig. 53).

---

[1]) Das Mischen ungleichartiger Rohzuckermuster ist in der Weise auszuführen, daß der Zucker in glasierten Schalen mit einem Spatel oder mit trockener, sauberer Hand durchgemischt wird. Verwendung von Papier als Unterlage beim Mischen ist zu vermeiden. Nur in Ausnahmefällen soll es zulässig sein, den Zucker in glasierter Schale mit glasiertem Pistill zu zerdrücken. (Beschluß der IV. Versammlung der Handelschemiker in Magdeburg, 21. Sept. 1909.)

[2]) Anstatt der einfachen Normalgewichtsmenge kann man auch ein Vielfaches derselben zu dem entsprechenden Volum auflösen, also 2 × 26.0 = 52,0 g zu 200 ccm oder, wie bei der französischen Steuerverwaltung, 3 × 16,29 g = 48,87 g zu 150 ccm, von denen 50 ccm wieder zu 100 ccm aufgefüllt werden (Zeitschrift 1900, S. 987).

Bei guten, trockenen Zuckern wird man kaum nötig haben, mit einer Federbartspitze etwa auf dem Blech hängen gebliebene Reste abzustreifen, der Zucker gleitet schnell und vollständig in den Trichter hinab. Nur bei feuchten und siruphaltigen Produkten findet leicht ein Anhängen kleiner Teilchen statt, es ist jedoch deren Nachbringung in den Trichter ohne Schwierigkeit und Verlust mittels der Feder zu bewerkstelligen, so daß das Tarierblech ohne weiteres sofort für eine zweite Wägung benutzt werden kann. Zum Hinabspülen des Zuckers in das Kölbchen dient die mit destilliertem Wasser gefüllte Heberspritzflasche (Fig. 54). Der zunächst mit wenigen Tropfen Wasser durchfeuchtete Zucker sinkt schnell hinunter, sodann führt man durch den feinen, aber kräftigen Strahl der Heberspritzflasche alle im Trichter noch haftenden Zuckerreste hinab und spült den Trichter sorgfältig nach. Man bemißt den Wasserzusatz derartig, daß das Kölbchen zu drei Viertel gefüllt ist. Das zum Auflösen des Zuckers dienende Wasser muß die Temperatur (20° C), welche beim Justieren des Kölbchens eingehalten wurde, besitzen, damit während der weiteren Behandlung keine Volumveränderungen des Kolbeninhaltes eintreten können.

Die Kölbchen, in welchen man das Auflösen vornimmt, sollen, wie Fig. 54 zeigt, einen fast kugelförmigen Bauch haben und einen zylindrischen, engen und verhältnismäßig langen Hals, um ein recht genaues Einstellen zu ermöglichen und Verluste durch Herausspritzen tunlichst zu verhüten. Die Marke muß sich am unteren Ende des Halses befinden; liegt sie zu hoch, so ist wegen Mangels an leerem Raum der Inhalt des Kolbens nach dem Auffüllen schwierig durch Schütteln zu mischen. Der Boden muß ein sicheres und festes Stehen ermöglichen.

Nach Verschluß mit einem trockenen Gummistopfen wird durch ein sanftes, kreisförmiges Umschwenken — nicht durch ein heftiges Schütteln — die völlige Auflösung des Zuckers bewirkt. In den Hals des Kölbchens soll dabei die Flüssigkeit gar nicht gelangen, der Stopfen darf nicht benetzt werden, anderenfalls ist die Bestimmung zu verwerfen und sorgfältiger zu wiederholen.

Sind mehrere Zuckerproben nebeneinander zu untersuchen, so muß man die Kölbchen vorher numerieren. Es geschieht dies am

besten durch Aufätzen laufender Nummern oder auch durch Bekleben mit kleinen Papierstreifen, die man nach dem Bezeichnen mit durchsichtigem Lack überzieht. Sie bleiben dadurch lange Zeit haltbar und wasserbeständig.

Nach völliger Auflösung des Zuckers, die in den meisten Fällen leicht erkennbar, hat man die mehr oder weniger gefärbte Lösung zunächst zu klären. Man benutzt zu diesem Zwecke den sogenannten Bleiessig, eine wässerige Auflösung von basisch-essigsaurem

Fig. 54.

Fig. 55.

Blei (basischem Bleiacetat). Diese Flüssigkeit hat die Eigenschaft, den größten Teil der die Zuckerlösungen häufig verunreinigenden, organischen Stoffe in Form von Bleisalzen auszufällen. Es bildet sich, meistens sofort, nach dem Zusatz weniger Tropfen ein je nach der Reinheit und der Konzentration der Flüssigkeit stärkerer oder schwächerer Niederschlag, der zugleich alle trübenden Teile in sich schließt. Die Menge Bleiessig, welche in jedem einzelnen Falle zuzufügen ist, hängt demgemäß von der Beschaffenheit der zu klärenden Flüssigkeit ab, ein erheblicher Überschuß ist ebenso zu vermeiden wie ein unzulänglicher Zusatz; in beiden Fällen erhält man gewöhnlich schlecht zu polarisierende Filtrate. Kristallzucker und raffinierte Waren bedürfen gar

keines Bleiessigs, bei Kornzucker genügt ein Zusatz von 12 bis 16 Tropfen, zweite Produkte erfordern 20 bis 30 Tropfen, bei sehr unreinen Nachprodukten muß man noch etwas mehr nehmen [1]).

Bei zu großem Zusatz trübt sich später das Filtrat leicht infolge einer Anziehung von Kohlensäure aus der Luft durch Entstehung von Bleicarbonat. Man kann zwar in solchen Fällen durch Hinzufügung eines kleinen Tropfens Essigsäure die entstandene Trübung wieder aufheben, doch ist durch sorgfältige Arbeit solcher Zwischenfall besser zu vermeiden.

Auch der Zusatz von Bleiessig geschieht am geeignetsten mittels einer Heberspritzflasche, bei welcher man die eintretende Luft zuvor durch eine mit Kalistückchen gefüllte Röhre streichen läßt, um ihr die beigemengte Kohlensäure zu nehmen, die anderenfalls eine fortwährende Ausscheidung von kohlensaurem Blei aus dem Bleiessig verursachen würde. Der über der Ablaufspitze befindliche Quetschhahn ermöglicht die Zumessung der nötigen Menge. Fig. 55 zeigt eine derartige Anordnung.

Man läßt, nachdem der Bleiessig mit der Flüssigkeit durch Umschwenken gehörig gemischt, die Flüssigkeit etwa 5 bis 10 Minuten lang stehen, damit die Fällung vor sich gehe [2]).

Obgleich in den meisten Fällen durch diese Behandlung allein die beabsichtigte Wirkung vollständig erreicht und somit der Zusatz weiterer, von mancher Seite empfohlener Fällungsmittel, wie Alaun- oder Tanninlösung, entbehrlich wird [3]), so fügt man doch sehr zweckmäßig zur Erzielung ganz blanker und klarer Filtrate der Flüssigkeit nach erfolgter Fällung mit Bleiessig noch einige Cubikcentimeter eines dünnen Breies von Tonerdehydrat hinzu. Diese Substanz wirkt bei der nun folgenden Filtration durch ihre alle trübenden Teilchen einhüllende Be-

---

[1]) Da basisches Bleiacetat eine Fällung von Fruktose und Glykose in Gegenwart von durch Blei fällbaren Stoffen verursacht, so ist es bei der Bestimmung reduzierender Zucker, also auch bei Bestimmung invertzuckerhaltiger Zucker, als Klärungsmittel nicht anwendbar. Zur Klärung der Lösungen solcher Zucker, wie es z. B. fast alle Kolonialzucker sind, benutzt man besser neutrales Bleiacetat, welches jene Fällungen nicht hervorruft (Wiley, Zeitschrift 1909, S. 922). Sind derartige Zuckerlösungen alkalischer Reaktion, so müssen sie vor Zusatz dieses Klärungsmittels durch Zusatz einer kleinen Menge Essigsäure neutralisiert werden, da anderenfalls das neutrale Acetat ganz oder teilweise in das basische Salz umgewandelt werden kann.

[2]) Das Volumen des durch Bleiessig hervorgerufenen Niederschlages verringert natürlich, je nachdem derselbe stark oder schwach, die Menge der innerhalb der 100 ccm enthaltenden Flüssigkeit. Der hierdurch verursachte Fehler bewegt sich indessen, selbst bei sehr starken Niederschlägen, in so engen Grenzen, daß in der Praxis niemals Rücksicht darauf genommen wird.

[3]) Vor Anwendung von Tannin muß gewarnt werden, da die Lösungen fast aller im Handel gehenden Sorten die Polarisationsebene stark drehen.

schaffenheit vorzüglich klärend. Die Wirkung selbst ist eine rein mechanische.

Solche Lösungen, welche wegen ihrer Reinheit und Farblosigkeit eines Bleiessigzusatzes nicht bedurften, erhalten nur 2 bis 3 ccm Tonerdehydrat.

Nach vollendeter Klärung wird mittels der Heberspritzflasche bis fast zur Marke mit Wasser aufgefüllt, worauf man mittels eines aus Filtrierpapier gerollten Wischers die oberhalb der Marke im Kölbchenhalse hängen gebliebenen Wassertropfen vorsichtig wegnimmt.

Befinden sich, was häufig der Fall, Luftbläschen auf der Oberfläche der Flüssigkeit, welche das genaue Einstellen zur Marke verhindern, so entfernt man dieselben zuvor durch ein Tröpfchen Äther oder durch Ätherdampf, welchen man aus der feinen Spitze einer Ätherspritzflasche, Fig. 56, auf die Luftblasen ausfließen läßt. Die Wärme der die Flasche umschließenden Hand bewirkt eine zur Zerstörung aller derartigen Luftblasen hinreichende Ausströmung von Ätherdampf.

Fig. 56.

Die letzten Anteile des benötigten Wassers fügt man sehr behutsam und tropfenweise hinzu, ohne die Lösung mit der Ausflußspitze der Spritzflasche zu berühren, stellt möglichst genau ein [1]), verschließt den Kolben mit dem Daumen und schüttelt anhaltend und kräftig durch, worauf die Lösung sofort filtriert werden kann.

Eine einfache Filtriervorrichtung, welche zugleich dem hier verfolgten Zwecke am besten dient, ist, den ganz kurz abgeschnittenen Glastrichter ohne weiteres auf ein starkes Becherglas von etwa 8 cm Höhe und entsprechender Weite aufzusetzen. Er gewährt so dem Filtrate einen hinlänglichen Schutz gegen äußere Einflüsse, den Trichter selbst bedeckt man sofort nach dem

Fig. 57.

[1]) Die Kölbchen, überhaupt alle derartigen Meßgefäße, Flaschen, Röhren, Zylinder und Pipetten von genau abgemessenem Inhalt sind für die hier in Betracht kommenden Verhältnisse sämtlich in der Weise „markiert", daß sie die bezüglichen Mengen von Flüssigkeit enthalten, wenn der untere Meniskus, d. h. der untere, die Oberfläche der Flüssigkeit begrenzende Bogen, mit der in das Glas geätzten oder geschliffenen Marke zusammenfällt. Es muß dabei das Gefäß in senkrechter Stellung so hoch gehalten werden, daß sich die Marke in der Höhe des beobachtenden Auges befindet. Die Art und Weise dieser Einstellung veranschaulicht Fig. 57.

Eingeben der Zuckerlösung mit einer dünnen Glasplatte, besser noch mit einem Uhrglase (Fig. 58), um die Verdunstung möglichst zu verhindern.

Man gibt den gesamten Inhalt des Kolbens mit einem Male auf das Filter, selbstverständlich müssen Trichter und Glas völlig trocken und rein sein, das Filter — am besten ein glattes Filter, kein Faltenfilter — darf nicht vorher benetzt werden und ist nicht viel größer zu nehmen, als unbedingt erforderlich. Über den Rand des Trichters darf es nicht hinausragen. Filter von 16 cm Durchmesser fassen genau 100 ccm. Die Röhre des Trichters ist schräg und so kurz abzuschneiden, daß sie niemals in die Flüssigkeit eintauchen kann, die Größe des Glases ist dementsprechend zu wählen.

Die an manchen Orten benutzten engen Filtrierzylinder haben gegen die Bechergläser den Nachteil, sich schwieriger reinigen und austrocknen zu lassen.

Die ersten Anteile des Filtrats sind gewöhnlich trübe, wohl auch durch den Feuchtigkeitsgehalt des Filtrierpapiers beeinflußt, man läßt sie deshalb stets in ein besonderes Glas fallen und setzt erst, wenn die Flüssigkeit völlig klar abtropft, den gefüllten und bedeckten Trichter auf das eigentlich zur Aufnahme des Filtrats bestimmte, reine Glas über.

Fig. 58.

Das Filtrat muß durchaus klar erscheinen, da die geringste Trübung die Polarisation unsicher oder unmöglich macht.

Eine mäßige, gelbe Färbung ist nicht hinderlich, dahingegen geben sehr dunkle Nachprodukte bisweilen so rot oder tiefgelb gefärbte Filtrate, daß dieselben ohne weiteres nicht zu polarisieren sind. Man gelangt in manchen Fällen zum Ziele, wenn man statt der gewöhnlichen Beobachtungsröhre von 200 mm Länge eine solche von 100 mm anwendet, da die Stärke oder Tiefe der Färbung natürlich mit der Verkürzung der Flüssigkeitsschicht abnimmt.

Der auf solche Art ermittelte Drehungsbetrag ist zu verdoppeln. Begreiflicherweise verdoppelt sich dabei auch ein etwa gemachter Beobachtungsfehler, und aus diesem Grunde ist der Gebrauch der 100-mm-Röhre tunlichst zu beschränken.

Will man die Anwendung derselben vermeiden, oder ist die Flüssigkeit so tief gefärbt, daß auch die Benutzung der kurzen, sog. „halben“ Röhre nicht zum Ziele führen würde, so muß der Beobachtung eine Entfärbung des Filtrats, und zwar durch Knochenkohle vorhergehen.

Man hält für solche Fälle eine aus fein gepulverter, neuer Knochenkohle von bester Beschaffenheit hergestellte sog. extrahierte oder

Reinigungskohle vorrätig, welche durch Auswaschen mit Salzsäure und Wasser bereitet, getrocknet, im bedeckt gehaltenen Porzellantiegel ausgeglüht, sodann im Exsikkator völlig erkaltet ist und deren Wirkungswert in bezug auf Absorption von Zucker durch Versuche vorher genau bestimmt wurde. Auf etwa 30 ccm des gefärbten Filtrates nimmt man eine den Vorversuchen entsprechende Menge — etwa 2 g — dieser Kohle, bringt sie in einem trockenen Kölbchen zusammen, schüttelt tüchtig etwa eine Minute lang und filtriert über ein kleines, trockenes Filter [1]). Die Flüssigkeit wird in den meisten Fällen bedeutend heller und wesentlich entfärbt ablaufen; zu dem später ermittelten Drehungsbetrage muß man nunmehr aber denjenigen Betrag an Zucker hinzufügen, welcher nach den Vorversuchen als von der Kohle absorbiert angenommen werden muß.

Fand man z. B. in einem diesbezüglichen Vorversuche mit einer Lösung von Kornzucker, welche vor dem Zusammenbringen mit Knochenkohle 95,5 Drehung anzeigte, daß durch die Behandlung von 30 ccm derselben mit 2 g obengedachter Kohle der Drehungsbetrag auf 95,2, also um 0,3 herabgemindert war, so mußte man bei der Entfärbung einer zur Untersuchung vorliegenden, dunkel gefärbten Polarisationsflüssigkeit ebenfalls 30 ccm mit 2 g derselben Kohle wie oben behandeln, dann aber dem nun erhaltenen Drehungsbetrage 0,3 hinzuzählen, um den wirklichen Zuckergehalt zu bekommen.

Die getrocknete Kohle ist in Gläsern mit sehr gut schließenden Glasstopfen aufzubewahren, ihre Benutzung jedoch nur für außergewöhnliche Fälle anzuraten.

Wenn nunmehr — mit oder ohne Anwendung von Knochenkohle — eine genügende Menge des klaren Filtrates vorhanden, so kann man die Beobachtungsröhre, welche rein und trocken und an der einen Seite geschlossen ist, füllen, indem man, ohne Luftblasen zu erzeugen, langsam die schräg gehaltene Röhre vollgießt und ein reines und trockenes Deckgläschen von der Seite derartig überschiebt, daß die Flüssigkeit glatt abgestrichen wird. Jede Luftblase im Innern der Röhre ist auf diese Weise leicht zu vermeiden. Man schraubt, bzw. schiebt den Röhrenverschluß vorsichtig auf, legt die von etwa übergeflossener Lösung gereinigte Röhre in den beleuchteten, in jeder Beziehung vorher kontrollierten Apparat und sucht die betreffende Drehung zu bestimmen. Glaubt man den richtigen Punkt gefunden zu haben, so liest man auf der Skala ab und vergewissert sich durch sehr geringe Rechts- und Linksverschiebungen und mehrfaches, durch kleine Pausen unterbrochenes Hineinsehen über die Richtigkeit der

[1]) Man kann bei solcher Gelegenheit zur leichteren Erzielung klarer Filtrate, nach einem Vorschlage von Wiechmann, etwas trockene, vorher ausgeglüht gewesene Kieselgur zufügen. Bei gutem Filtrierpapier wird man indessen für gewöhnlich auch ohne diesen Behelf keinen Schwierigkeiten begegnen.

ermittelten Zahl. Man macht zweckmäßig drei oder vier solcher Ablesungen und zieht aus deren Summe den abzugebenden Mittelwert. Mit der Feststellung desselben ist alsdann die Zuckerbestimmung beendet.

Man hüte sich, wie wir nochmals betonen, bei Benutzung von Röhren mit Schraubenköpfen dieselben stark anzuziehen. Die Deckgläser können dadurch eine Pressung erleiden, welche die Drehung der Polarisationsebene ebenfalls beeinflußt.

Selbstverständlich kann man, wenn irgend welche Gründe die Anwendung der Normalmenge verhindern, z. B. bei sehr knapp bemessenen Mustern, eine beliebig kleinere Menge Zucker abwägen und diese, nachdem im übrigen ganz wie oben angegeben verfahren wurde, der Polarisation unterwerfen. Es ist dabei allerdings nicht außer Augen zu lassen, daß ein Beobachtungsfehler bei der schließlichen Berechnung auf den Prozentgehalt sich naturgemäß um so mehr vergrößert, je kleiner die ursprünglich abgewogene Menge war.

Beispiel. Von einem Rohzucker sind abgewogen: 8,431 g. Die geklärte Lösung ist auf 50 ccm Flüssigkeit gebracht, und mit einem deutschen Apparat deren Drehung = 61,8° gefunden. Da 1,0° Drehung 0,130 Zucker anzeigt, so sind 61,8 × 0,130 = 8,034 g reiner Zucker in 8,431 g Rohzucker enthalten. 100 Tle. desselben haben mithin nach dem Ansatze:

$$8{,}431 : 8{,}034 = 100 : x,$$
$$x = 95{,}2 \text{ Proz.}$$

Bei Anwendung der Normalmenge hätte man, ohne weitere Rechnung zu bedürfen, die Zahl 95,2 sofort auf der Skala abgelesen.

b) Bestimmung des Rohrzuckergehaltes bei Gegenwart sonstiger rechtsdrehender Stoffe (Glykose, Raffinose).

Ein einfaches, schnell und sicher zum Ziele führendes Mittel, die Anwesenheit von Dextrose (Stärkezucker) oder Raffinose in den Produkten der Zuckerfabrikation aus Rüben oder Zuckerrohr zu erkennen, gibt es bislang nicht.

Ein Zucker des Handels ist verdächtig, Raffinose zu enthalten oder einen Zusatz von Stärkezucker bekommen zu haben, wenn seine Lösung eine auffällig hohe, der sonstigen Beschaffenheit des Zuckers anscheinend nicht zukommende oder entsprechende Rechtsdrehung zeigt. Man darf in solchem Falle auf Anwesenheit von Raffinose schließen, wenn der Zucker, wie schon in der Einleitung hervorgehoben worden ist, eine wenn auch nur hier und da auftretende spießige oder nadelförmige Kristallisation zeigt, wenn er nachweislich aus Fabriken stammt, welche sich mit Melasseentzuckerung beschäftigen, und wenn seine wässerige Lösung Fehlingsche Kupferflüssigkeit gar nicht oder nur ganz mäßig (vielleicht durch vorhandenen Invertzucker hervorgerufen) reduziert; man darf auf stattgehabte Zumischung von Stärkezucker

schließen, wenn beim Erhitzen der Zuckerlösung mit Fehlingscher Flüssigkeit eine sehr starke Reduktion beobachtet wird.

Polarisiert man solche Zucker lediglich in gewöhnlicher Weise und bestimmt gleichzeitig ihren Gehalt an Feuchtigkeit und Asche, so bleibt beim Zusammenziehen der gefundenen Zahlen auf 100 Teile meistens ein viel zu geringer oder gar kein Restbetrag für organische Nichtzuckerstoffe; es findet sich sogar bisweilen eine erhebliche Überschreitung der Zahl 100. In allen diesen Fällen muß zur Bestimmung des wirklichen Rohrzuckergehaltes die optische Inversionsmethode angewendet werden.

Zur Ausführung der Untersuchung bestimmt man die Polarisation des Zuckers nach a) S. 124, wägt ein zweites Mal 13,0 g Zucker ab, invertiert dessen Lösung genau nach der auf S. 105 gegebenen Vorschrift und ermittelt den Drehungsbetrag der invertierten Flüssigkeit im Wassermantelrohr, immer genau bei 20° C.

Die Rechnungsformeln sind für beide Fälle verschieden, weil das Drehungsvermögen der Dextrose bei der Behandlung mit Salzsäure ungeändert bleibt, während die Raffinose bekanntlich in ähnlicher Weise wie der Rohrzucker eine Inversion und damit eine erhebliche Abminderung ihrer Rechtsdrehung erleidet.

Man erhält den Rohrzuckergehalt Z bei Gegenwart von Dextrose nach der Formel:

$$Z = \frac{100 \times S}{132,66};$$

bei Gegenwart von Raffinose nach der Formel:

$$Z = \frac{(0,5124 \times P) - J}{0,8390}.$$

S bedeutet die gesamte Drehungsverminderung, P den Drehungsbetrag vor, J den verdoppelten Drehungsbetrag nach der Inversion. (Man beachte in bezug auf die Raffinoseformel die Anmerkung 2 a. S. 109.)

Beispiele finden sich auf S. 108 und 109 angegeben.

c) Bestimmung des Rohrzuckers bei Gegenwart linksdrehender Stoffe (Invertzucker).

Die Bestimmung des Zuckergehaltes in Gegenwart von Invertzucker wird ebenfalls nach der optischen Inversionsmethode ausgeführt, wenn der Gehalt an Invertzucker ein bedeutender, etwa über 2 Proz. betragender ist. Es gelten für solche Fälle die oben gegebenen Vorschriften in gleicher Weise (Beispiel I, S. 108). Bei geringerem Invertzuckergehalt polarisiert man den zu untersuchenden Zucker wie gewöhnlich und vermeidet nur, aus bekanntem Grunde, die Anwendung von Bleiessig oder doch einen Überschuß von Bleiessig bei der Klärung. Wenn durchaus nötig, wird vor der Polarisation mit

Knochenkohle entfärbt. In einer besonders abgewogenen Menge bestimmt man alsdann den vorhandenen Invertzucker gewichtsanalytisch mittels Fehlingscher Kupferlösung nach 1. D. (S. 145).

1 Tl. Invertzucker verdeckt (bei 20° C) die Rechtsdrehung von etwa 0,31 Tln. Rohrzucker. Man könnte daher, um eine durch vorhandenen Invertzucker verringerte Polarisationszahl annähernd richtig zu stellen, den ermittelten Prozentgehalt an Invertzucker mit 0,31 multiplizieren und den so erhaltenen Betrag dem Polarisationsergebnisse hinzufügen. Die Summe beider Zahlen würde dann dem wirklichen Prozentgehalt an Rohrzucker ziemlich nahe kommen.

Auf Zuverlässigkeit kann diese Methode indessen keinen Anspruch erheben, da der Faktor 0,31 nicht endgültig fest und auch sonst eine Reihe von Bedenken dagegen steht [1]).

In der Praxis und bei den üblichen Handelsanalysen trägt man bislang den im vorstehenden berücksichtigten Umständen insofern keine Rechnung, als man die durch das Polarisationsinstrument gewonnene Zahl — unbeirrt von einer durch Invertzucker hervorgerufenen Verminderung des Drehungsbetrages — als den Gehalt an Rohrzucker anzugeben pflegt. Ist Invertzucker in wägbaren Mengen vorhanden und bestimmt worden, so fügt man in solchen Fällen die ermittelte Menge desselben getrennt der Zusammenstellung der anderen Zahlen hinzu.

In ähnlicher Weise findet auch das Vorhandensein von Raffinose häufig keinen zahlenmäßigen Ausdruck.

Es würde nicht ungerechtfertigt erscheinen, wenn man bei Untersuchungen derartig zusammengesetzter Zucker dem ermittelten, aber unberichtigten Drehungsbetrage nicht das Wort „Zuckerprozente", sondern die Bezeichnung „Polarisation" beilegte, um über die Bedeutung solcher Zahl nach keiner Richtung hin Zweifel zu lassen.

B. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Unter gewöhnlichen Umständen enthält jeder Zucker eine gewisse Menge Wasser, welche durch verschiedene Verhältnisse und Einflüsse größer oder geringer werden, durch Abdunstung sich vermindern, durch Wasseranziehung aus feuchter Luft sich vermehren kann.

Zieht man die für Zucker und Wasser gefundenen Prozentzahlen von 100,0 ab, so bleibt ein Restbetrag, welcher der vorhandenen Menge von anderen organischen und von anorganischen Stoffen entspricht, und die man in dem Namen „Nichtzucker" zusammenfaßt.

Die Bestimmung des Wassergehaltes im Zucker ist besonders deshalb von Wichtigkeit, weil die dadurch gleichzeitig bewirkte Fest-

---

[1]) v. Lippmann, Chemie der Zuckerarten, II. Aufl., S. 827.

stellung der Menge des vorhandenen Nichtzuckers eine viel sicherere Beurteilung des Zuckers hinsichtlich seiner Reinheit, seines Handelswertes und seiner Brauchbarkeit zu verschiedenen Zwecken ermöglicht, als es die alleinige Kenntnis des Zuckergehaltes an die Hand zu geben vermag.

Man bestimmt den Wassergehalt (Feuchtigkeitsgehalt) im Zucker durch Austrocknen desselben bei einer Temperatur von 105 bis 110° C[1]) und bedient sich hierzu entweder flacher Schalen, Fig. 59, von 55 mm Durchmesser und 15 mm Randhöhe oder kleiner, mit übergreifendem Deckel versehener Tiegel aus Nickel- oder Messingblech, Fig. 60. Letztere erhalten eine Höhe von 30 mm und eine obere Weite von 50 bis 60 mm. Man läßt Schalen und Tiegel mit laufenden Nummern stempeln und bringt vermittelst Feilen oder Schneiden am Rande ihr Gewicht auf eine möglichst einfache Zahl. Diese Tara wird ein für allemal für die betreffende Nummer aufgeschrieben und ist fast unveränderlich, wenn man die Schälchen nach dem Gebrauch rein und trocken hält.

Nachdem die Schale oder der Tiegel nebst untergelegtem Deckel auf die Wage gebracht und die Richtigkeit der Tara kontrolliert worden



Fig. 59. Fig. 60.



ist, bringt man genau 5,0 g des zu untersuchenden Zuckers[2]) (von Kristallzuckern und ähnlichen, sehr trockenen Produkten 10,0 g) hinein, indem man sich bemüht, einen lockeren, möglichst viel luftige Zwischenräume enthaltenden Haufen davon zu bilden.

Nach vollendeter Wägung bringt man das gefüllte Schälchen in den erwärmten Trockenschrank und läßt es hier, unbedeckt, so lange stehen, bis durch eine Temperatur von 105 bis 110° C alles dem Zucker anhaftende Wasser verflüchtigt worden ist.

Die Zeitdauer ist je nach der Beschaffenheit des Zuckers verschieden; während bei Kristallzuckern ein einstündiges Trocknen völlig genügt, bedürfen die besseren Kornzucker $1^1/_2$ bis 2 Stunden zu ihrer vollständigen Austrocknung. Die Temperatur des Trockenschrankes bedarf

---

[1]) Beschluß der internationalen Kommission: „Für normale Rübenzucker ist für die Wasserbestimmung die Temperatur 105 bis 110° C anzuwenden. Für anormale Rübenzucker sowie für Kolonialzucker gibt es keine Handelsmethode für die Wasserbestimmung." (Zeitschrift 1900, S. 362.)

[2]) Die „Beschlüsse der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österr.-ung. öffentlichen Chemiker" schreiben für normale Rübenzucker vor: 10 g Zucker bei 105 bis 110° C $1^1/_2$ Stunden zu trocknen. Bei 3 Proz. und mehr Wassergehalt ist eine halbe Stunde länger zu trocknen. (Österr.-ung. Zeitschrift f. Zuckerindustrie 1908, S. 577.)

der Überwachung, steigt sie zu hoch, so tritt Bräunung des Zuckers ein, und die Bestimmung ist dann unbedingt zu verwerfen; bleibt sie zu niedrig, so trocknet der Zucker nicht vollständig aus. Nach beendetem Trocknen werden die Schälchen herausgenommen, und, nachdem sie in einem Exsikkator über Chlorcalcium erkaltet sind (Fig. 61), aufs neue gewogen.

Fig. 61.

Der Gewichtsverlust wird als „Wasser" angegeben.

Beispiel. Das Schälchen mit 5,0 g Zucker wog:

Vor dem Trocknen	26,125 g,
nach „ „	26,029 g,
Verlust, mithin Wasser =	0,096 g.

$$5{,}0 : 0{,}096 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}92 \text{ Proz. Wasser.}$$

Hatte man bereits oben durch die Polarisation gefunden:

	95,2 Proz.	Zucker,
so bleiben bei . .	1,9 „	Wasser,
schließlich . . .	2,9 „	Nichtzucker als Rest,
	100,0 Proz.	

Die zu diesem Zwecke benutzten Trockenschränke müssen durch ihre Einrichtung die Gewißheit bieten, daß in ihnen tatsächlich die von dem Thermometer angezeigte Temperatur herrscht, und daß dieselbe während der Benutzung nicht unter 105° C sinkt, aber die obere Grenze von 110° C auch nicht überschreitet.

Im ersteren Falle würde die Austrocknung eine nicht vollständige sein, im letzteren Falle treten, namentlich bei invertzuckerhaltigen Stoffen, leicht tiefer gehende Veränderungen oder Zersetzungen derselben auf, welche zu unrichtigen Angaben führen müßten.

Diese Forderungen bedingen Trockenschränke mit Doppelwandungen, wie Fig. 62 einen solchen zeigt.

Er ist ein entweder an der Wand aufgehängter oder auf einem Eisengestell befestigter, aus starkem Kupfer- oder verbleitem Stahlblech gefertigter Kasten mit einem Innenraum von etwa 22 cm Höhe, 28 cm Breite und 22 cm Tiefe, welcher allseitig von doppelten Wandungen umgeben und auch mit doppelwandiger Tür versehen ist. Von den drei oben sichtbaren Ansätzen dient *a* als Schornstein für die Heizluft, *b* trägt ein durch Kork gehaltenes Thermometer, *c* ist das Abzugsrohr für den Innenraum. Bei geschlossener Tür tritt die Außenluft, durch

einen Schieber regulierbar, bei *d* unter den Boden des Innenraumes, gelangt, bereits stark erhitzt, durch einen am entgegengesetzten Ende befindlichen Schlitz in denselben und verläßt ihn, den Kasten in seiner ganzen Ausdehnung durchstreichend und mit der ausgetriebenen Feuchtigkeit beladen, bei *c*. Die Heizung geschieht durch Gas, Spiritus, oder Petroleum, die Luft tritt durch einen bei *e* befindlichen Schlitz zunächst unter den Boden und gelangt, stark erhitzt, dann erst zwischen die Doppelwände, wodurch der Innenraum sehr gleichmäßig erwärmt wird. Die Schälchen mit dem zu trocknenden Zucker finden ihren Platz auf mit passenden Ausschnitten versehenen, beweglichen Einlagen, so daß sie allseitig von der heißen Luft umgeben sind. Die Einlagen selbst werden zweckmäßig von Asbestpappe hergestellt, so daß

die Schälchen nicht unmittelbar mit dem heißen Metall in Berührung kommen können.

Nach den Angaben des Thermometers, dessen Kugel bis etwa in die Mitte des inneren Raumes reicht, bemißt man die Größe der untergestellten Heizflamme derart, daß die Temperatur im Inneren des Kastens 110° C nicht übersteigt.

Man hat verschiedene Apparate erdacht, um diese Regulierung der Temperatur durch eine selbsttätige Vorrichtung zu bewirken, einerseits also zu verhindern, daß die Wärme im Trockenschranke über einen gewissen Punkt — hier 110° C — sich steigere, andererseits unter eine bestimmte Grenze herabsinke.

Fig. 63.

Solche „Wärmeregulatoren“ sind nur bei Gasheizung benutzbar, ihre Wirkung beruht bei den älteren, zahlreichen Konstruktionen auf der Ausdehnung einer Quecksilberfüllung des im erwärmten Trockenschrank befindlichen Apparates, durch welche bei einer bestimmten Temperatur der bis dahin ungehinderte Zutritt von Gas zu der Heizvorrichtung des Trockenschrankes teilweise abgesperrt wird.

Den einfachsten derartigen Apparat, welcher zugleich die Art und Weise seiner Wirkung gut erkennen läßt, zeigt Fig. 63.

Das Gas tritt durch die unten offene Röhre *a* in die Röhre *b*, welche unten ein zur Hälfte mit Quecksilber gefülltes Gefäß *c* trägt. Dasselbe ist oben geschlossen und steht nur durch die untere Öffnung der bis fast auf den Boden reichenden Ansatzröhre *d* mit *b* in Verbindung. Bei gewöhnlicher Temperatur erfüllt das Heizgas die oben durch einen Kork geschlossene Röhre *b* und tritt durch den seitlichen Ansatz *e* in den Schlauch, welcher zu dem den Trockenschrank erwärmenden Brenner führt. Sobald jedoch durch eine Erwärmung von *c* die über dem Quecksilber befindliche Luft und dieses selbst sich ausdehnt, so steigt dasselbe in *d* und *b* in die Höhe, bis es schließlich die untere Öffnung von *a* erreicht und damit hier den ferneren Gaszutritt sperrt.

Um ein gänzliches Verlöschen der Flamme zu verhindern, befindet sich bei *f* eine feine Öffnung, die so viel Gas durchläßt, daß ein Fortbrennen mit sehr kleiner Flamme ermöglicht wird.

Die Fig. 64 veranschaulicht die Art und Weise, wie man die Verbindung mit der Gasleitung herzustellen hat [1]).

Mittels des neben dem Regulator befindlichen Thermometers regelt man die Wärmezufuhr in der Weise, daß man die Röhre *a* in dem

Fig. 64.

durchbohrten Korke so weit hinabschiebt, bis bei dem gewünschten Temperaturmaximum — hier 110° C — das Quecksilber den Gaseintritt sperrt. Sobald bei der nunmehr klein gewordenen Flamme die Temperatur im Inneren des Kastens allmählich sinkt, fällt auch das Quecksilber in *b* und *d*, das Gas strömt wieder ungehindert aus, die Flamme vergrößert sich sofort wieder und so wiederholt sich das Spiel des Apparates in sicherer und jede Beaufsichtigung ersparender Weise [2]).

---

[1]) Bei dem Trockenschranke Fig. 62 würde der Ansatz *c* den Regulator aufzunehmen haben, für den Abzug der Innenluft aber dann innerhalb bei *a* noch eine besondere Öffnung herzustellen sein.

[2]) Die sogen. „Wassertrockenschränke", deren Doppelwandungen kochendes Wasser einschließen, lassen im Innenraume die geforderte Höhe der Tempe-

Eine andere, neuere Konstruktion des Wärmeregulators beruht auf der Druckwirkung gespannten Dampfes auf das in dem Regulator befindliche Quecksilber. Die dazugehörigen Trockenschränke enthalten innerhalb der Doppelwandungen etwas Wasser, welches durch den Heizbrenner und infolge der Einrichtung des Schrankes Dampf von solcher Spannung liefert, daß die Temperatur im Inneren des Schrankes auf 105 bis 110° C steigt. Der aus Eisenröhren bestehende, außerhalb des Schrankes befindliche und mit Quecksilberfüllung versehene Wärmeregulator hält die Temperatur auf gleichbleibender Höhe. Die Dampfspannung bewirkt gleichzeitig neben der Erwärmung des Schrankes auch den Druck auf das Quecksilber des Regulators und drängt dieses, sobald die Temperaturgrenze überschritten wird, zur Absperrung des Gaszutritts. Durch eine verschiedene Bemessung der Quecksilbermenge erfolgt die Einstellung des Regulators auf höhere oder niedere Temperatur.

Wo Heizgas nicht vorhanden, wird man sich mit Petroleumöfen oder Spirituslampen behelfen müssen; da eine selbsttätige Regelung der Wärmezufuhr hierbei ausgeschlossen ist, erfordern sie häufige Beobachtung und sorgfältige Überwachung.

C. Bestimmung des Asche- und Salzgehaltes.

Wie schon bemerkt, begreift man unter dem Namen „Nichtzucker“ die sämtlichen organischen und anorganischen (mineralischen) Stoffe, welche neben Zucker und Wasser in zuckerhaltigen Substanzen enthalten sind.

Man findet ihre Gesamtmenge, wie oben gezeigt, durch die Bestimmung von Zucker und Wasser, als „Rest“ oder „Differenz“,

---

ratur, 105 bis 110° C, nicht erreichen, und dasselbe gilt von den Trockenapparaten von Soxhlet (Zeitschrift 1891, S. 961) und Alberti (Deutsche Zuckerindustrie 1892, S. 385), obschon bei ihnen der Raum zwischen den Doppelwänden mit gesättigter Kochsalzlösung oder mit Toluol gefüllt wird, deren Siedepunkte bei 107° C, bzw. 110° C liegen (Zeitschrift 1893, S. 130). Die letztgenannten erfordern zudem einen Kühleraufsatz zur Wiederverdichtung der von der Füllung abgehenden Dämpfe und eine besondere Ventilation des Innenraumes mittels einer in dem Abzugsrohr angebrachten Gasflamme. Beides ist lästig, die Füllung mit dem brennbaren Toluol außerdem nicht ungefährlich. Sie haben sich in den gewöhnlichen Laboratorien nicht einzuführen vermocht. — Für Fabriklaboratorien, welche über Dampf von geeigneter Spannung und über Luftpumpe verfügen, sind sogen. „Vakuumtrockenschränke“, in deren Innenraum neben genügend hoher Temperatur eine das Trocknen sehr beschleunigende, starke Luftverdünnung erzeugt werden kann, sehr empfehlenswert; wo aber diese Hilfsmittel nicht vorhanden sind, wird von der Benutzung eines solchen in den meisten Fällen abgesehen werden müssen. — Trockenschränke mit elektrischer Heizung sind mehrfach konstruiert worden. Ihre Beschreibung würde an dieser Stelle zu weit führen, sie werden den jeweiligen bestehenden Verhältnissen angepaßt und können mit elektromagnetischem Stromunterbrecher zu selbsttätiger Wärmeregulierung versehen werden.

und gibt das, was nach Addition jener beiden Zahlenwerte an 100 Tln. fehlt, als die vorhandenen Prozente Nichtzucker an. Bei einer gleichzeitigen Bestimmung des Aschegehaltes verbleibt die Differenz ausschließlich den organischen Nichtzuckerstoffen allein.

Die im Zucker enthaltenen Salze sind hauptsächlich lösliche Alkalisalze organischer Säuren, Sulfate und Chloralkalien. Beim vollständigen Verbrennen des Zuckers bleiben dieselben zurück, und zwar entstehen, da die organischen Säuren bei einem solchen Verfahren sich in Kohlensäure umsetzen, an Stelle der organisch-sauren Salze, entsprechende Mengen von Kohlensäureverbindungen. Bisweilen finden sich auch lösliche, organisch-saure Kalksalze, welche bei der Verbrennung in gleicher Weise sich umsetzen. Manche Zucker, besonders minderwertige Nachprodukte, enthalten daneben gewisse „mechanische Verunreinigungen", zum Teil aus Sandkörnchen und dergleichen, im wesentlichen aus kohlensaurem Calcium bestehend. Beim Vorhandensein des letzteren ist der Zucker „trüblöslich", d. h. er gibt mit Wasser eine mehr oder weniger trübe, undurchsichtige Lösung.

Den Verbrennungsrückstand eines Zuckers einschließlich der etwa vorhandenen mechanischen Verunreinigungen nennt man seine „Asche", den Verbrennungsrückstand eines von mechanischen Verunreinigungen freien oder durch vorgängige Behandlung befreiten Zuckers bezeichnet man mit dem Worte „Salze".

Je nach den Umständen wird man das eine oder das andere zu bestimmen haben; es ist einleuchtend, daß klarlösliche, also von mechanischen Verunreinigungen freie Zucker, wie sie für gewöhnlich zur Untersuchung kommen, für „Asche" und „Salze" gleiche Zahlen geben müssen, und so werden denn auch beide Bezeichnungen in der Praxis meist als gleichbedeutend angesehen.

Was die Veraschung von Zucker selbst anbetrifft, so ist sie durch einfache Verbrennung des organischen Anteils nicht zu ermöglichen; die leicht schmelzbaren Alkalisalze hüllen kleine Teilchen der anfangs reichlichen und schwer verbrennlichen Kohle ein, und eine reine, kohlefreie Asche ist auf diese Weise nicht zu erzielen. Ein fernerer Umstand, welcher einem solchen Verfahren entgegenstehen würde, ist außerdem der Verlust, welchen man durch die bei starkem Glühen eintretende Verflüchtigung von Chloralkalien erleiden würde.

Um bei Anwendung dieser Methode die erwähnten Übelstände zu vermeiden, verkohlt man den Zucker (etwa 20,0 g) in einer geräumigen Schale bei gelinder Hitze, bis keine Gase mehr entweichen, befeuchtet die kalt gewordene Kohle mit Wasser und zerdrückt sie in einer Reibschale mit dem Pistill zu feinem Brei. Nach Zugabe von wenig heißem Wasser, Erwärmen und Abfiltrieren wäscht man den auf dem kleinen Filter zurückgebliebenen Rückstand wiederholt mit heißem Wasser aus, bringt das vorsichtig aus dem Trichter genommene Filter samt Inhalt in die benutzte Platinschale zurück und verbrennt den ausgelaugten, von

Alkalisalzen fast ganz freien Rest bei starker Hitze nun leicht und vollständig. Die geringe Aschenmenge des Filters kann man, ohne einen wesentlichen Fehler zu begehen, vernachlässigen. Es bleibt ein weißer, geringer Rückstand, welchen man mit einigen Tropfen einer Lösung von kohlensaurem Ammon befeuchtet, um etwa beim Glühen entstandenes Calciumoxyd wieder in kohlensaures Calcium zurückzuführen, und zu welchem nunmehr das die Hauptmenge der löslichen Salze enthaltende Filtrat vorsichtig hinzugefügt und auf dem Wasserbade verdampft wird. Der bei 100° C getrocknete Rückstand wird ganz gelinde geglüht, ist bei richtiger Ausführung rein weiß und wird nach dem Erkalten gewogen.

Man erhält auf diese Weise bei trüblöslichen Zuckern den Gehalt an „Asche“; zur Feststellung ihres Gehaltes an „Salzen“ löst man eine abgewogene Menge Zucker in einer bestimmten Menge destillierten

Fig. 66.

Fig. 65.

Wassers (etwa 25,0 g zu 250 ccm), filtriert die trübe Lösung und dampft einen Teil des klaren Filtrats (etwa 200 ccm = 20,0 g Zucker) in derselben größeren Platinschale, in welcher die Veraschung erfolgen soll, auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein. Erst dann erfolgt die Verkohlung und weitere Behandlung in der oben beschriebenen Weise.

Das Verfahren ist umständlich und erfordert verhältnismäßig viel Zeit. Nach dem Vorschlage von Reiche bewirkt man die Veraschung des Zuckers deshalb auf eine andere, schnellere und für die hier in Betracht kommenden Zwecke vollkommen genügende Weise, indem man die zersetzenden Eigenschaften der konzentrierten Schwefelsäure zu Hilfe nimmt.

Man verwendet zu dieser von Scheibler weiter ausgebildeten und durch Beschluß der internationalen Kommission für die **Zwecke des Zuckerhandels behufs Angabe des Aschegehaltes ausschließlich vorgeschriebenen** Methode[1]) kleine, flache Platinschälchen von

[1]) Beschluß der internationalen Kommission: „Behufs Ermittelung des Aschengehalts in Rohrzuckern ist die Veraschung nach der Scheiblerschen Methode unter Anwendung von reiner, konzentrierter Schwefelsäure vorzunehmen. Die Veraschung ist in Platinschalen mittels

nebenstehender Form, Fig. 65, glüht dieselben vor dem Gebrauche über einer Flamme aus, läßt sie im Exsikkator erkalten und bestimmt auf einer empfindlichen Wage ihr Gewicht.

Man wägt auf dem Tarierblech genau 3,0 g Zucker ab, bringt denselben verlustlos in das Platinschälchen, indem man ihn auf dem Boden des Schälchens möglichst gleichmäßig verteilt und festdrückt, und durchfeuchtet ihn vollständig mit reiner, konzentrierter Schwefelsäure. Es genügt ein Zusatz von 0,5 bis höchstens 0,7 ccm (20 bis 30 Tropfen). Nach wenigen Minuten beginnt dieselbe den Zucker zu schwärzen und zu zerstören, und beim Erhitzen, am besten über

Fig. 67.

einer großen Flamme, erfolgt schnell eine vollständige Verkohlung unter bedeutendem Aufblähen, Zischen und lebhaftester Gasentbindung.

Man nimmt diese Verkohlung und spätere Veraschung unter einem gut ziehenden Abzuge vor, die reichliche Entwickelung von schwefliger Säure und die Schwefelsäuredämpfe wirken anderenfalls sehr belästigend.

Bei Untersuchung trüblöslicher Zucker tritt, wenn die Umstände es erfordern, die oben erwähnte Abänderung ein. Man wägt 15,0 g Zucker ab, bringt denselben mittels des Neusilbertrichters in ein 50-ccm-Kölbchen, löst, füllt bis zur Marke auf, mischt und filtriert bei bedecktem Trichter durch ein trockenes Filter. Von dem klaren Filtrat werden 10,0 ccm = 3,0 g Zucker mittels einer Pipette in das gewogene Platinschälchen gebracht und auf einem passend eingerichteten Wasser-

---

Platin- oder Tonmuffeln bei möglichst niedriger Temperatur vorzunehmen (nicht über 750° C). Von dem ermittelten Gewichte der Sulfatasche sind 10 Proz. in Abzug zu bringen und der so korrigierte Aschengehalt in das Zertifikat zu stellen." (Zeitschrift 1900, S. 362.)

bade (Fig. 66) so weit wie möglich eingedampft. Den dickflüssigen Rest verkohlt man vorsichtig nach Zusatz von konzentrierter Schwefelsäure, wie oben angegeben.

Zur vollständigen Verbrennung der nach dem einen oder anderen Verfahren verbliebenen Kohle überträgt man sodann das Schälchen in eine aus Platinblech bestehende Muffel.

Einen zweckmäßig hergestellten Muffelofen stellt Fig. 67 dar. Die Platinamuffel, durch einen vierstrahligen Gasbrenner erhitzt, liegt auf vier quergespannten Platindrähten und ist mit vier abnehmbaren Tonkacheln oder auch mit Scheiben von starker Asbestpappe umgeben, um die Hitze zusammenzuhalten. Das Muffelgestell ist hinten um einige Zentimeter höher als vorn; die dadurch bewirkte, schräge Lage der Muffel bedingt einen gelinden Luftzug und damit eine schnellere Verbrennung.

Fig. 68.

Wo Gas nicht zur Verfügung steht, ist die zu diesem Zwecke von uns konstruierte Spiritusgebläselampe (Fig. 68) zu empfehlen. Ein mit Sicherheitsventil versehener Spiritusbehälter wird durch eine sehr kleine, darunter befindliche Flamme geheizt und läßt die entwickelten Spiritusdämpfe unter starkem Druck in das Brennerrohr austreten. Ein besonders geformter Brenneraufsatz verteilt die heiße Flamme unter dem ganzen Muffelboden.

Die Veraschung soll bei einer Temperatur von nicht über 750° C vor sich gehen, ihr entspricht eine schwache dunkle Rotglut der Muffel; bei sorgfältiger Einhaltung dieser Bedingung verbleibt in kurzer Zeit — $^1/_2$ bis 1 Stunde — eine meist schneeweiße, bisweilen (durch ganz geringen Eisengehalt) rötlich gefärbte Salzmasse, die nun natürlich nicht mehr aus Chlorverbindungen und kohlensauren, sondern aus schwefelsauren Salzen besteht.

Wird die Muffel bei starkem Gasdruck zu heiß, ihre Glut zu hell, so nimmt man die Kacheln ab und verkleinert die Flammen; der Verbrennungsrückstand muß ganz locker sein und darf nicht geschmolzen oder gesintert erscheinen, anderenfalls kommen die Ergebnisse zu niedrig aus und sind zu verwerfen.

Nach richtigem und vollständigem Verlauf der Veraschung nimmt man das Schälchen vorsichtig, bei Vermeidung jedes Luftzuges, der leicht einzelne Teilchen verwehen könnte, mittels einer geraden, sog.

Muffelzange aus der Muffel heraus, überzeugt sich durch vorsichtiges Auseinanderlegen der lockeren Asche mittels eines dünnen Platindrahtes, daß keine schwarzen, unverbrannten Kohlenteilchen mehr vorhanden, läßt in einem Exsikkator erkalten und wägt.

Durch vielfache Versuche stellte Scheibler fest, daß das Gewicht der neugebildeten, schwefelsauren Salze in dem so erhaltenen Verbrennungsrückstande wegen des höheren Molekulargewichtes der Schwefelsäure unter gewöhnlichen Umständen fast genau um 10 Proz. gegen das Gewicht der bei Veraschung ohne Schwefelsäure erhaltenen kohlensauren und Chlorverbindungen zu hoch ausfällt. Man zieht deshalb, nach allgemein angenommenem Gebrauch, um diesen Fehler auszugleichen, von der gefundenen Gewichtsmenge den zehnten Teil derselben (10 Proz.) ab und gibt den Rest als den Aschengehalt des Zuckers an.

Beispiel. Bei der Untersuchung des oben als Beispiel gewählten Zuckers habe man bei Veraschung von 3,0 g Zucker folgende Zahlen erhalten:

Schälchen mit Asche	10,4060 g,
„ leer	10,3650 g,
	0,0410 g,
abzüglich ein Zehntel dieses Betrages =	0,0041 g,
Salze	0,0369 g.

Demnach ergibt die Prozentrechnung:

$$3{,}0 : 0{,}0369 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}23 \text{ Proz. Asche.}$$

Einfacher und schneller berechnet sich der gesuchte Prozentgehalt bei Anwendung von 3,0 g Zucker, wenn man die gefundene Zahl ohne weiteres, d. h. ohne den zehnten Teil abzuziehen, mit 30 multipliziert (oder mit 3 unter nachträglicher Verschiebung des Kommas um eine Stelle nach rechts):

$$0{,}0410 \times 30 = 1{,}23 \text{ Proz.}$$

Die Zusammenstellung der bisher ermittelten Zahlen würde für den betreffenden Zucker also ergeben:

	95,20 Proz.	Zucker,
	1,90 „	Wasser,
	1,23 „	Asche,
und als Rest:	1,67 „	organischen Nichtzucker,
	100,00 Proz.	

D. Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Wie oben (S. 110) bereits ausgeführt, geschieht die Ermittelung des Gehaltes an Invertzucker durch Behandlung der Zuckerlösung mit

kochender Fehlingscher Kupferlösung; bei Gegenwart außergewöhnlich großer Mengen desselben kann auch auf die optische Inversionsmethode (S. 106) zurückgegriffen werden.

Die Bestimmung von Invertzucker in den üblichen Fabrikationsprodukten bietet wegen der gleichzeitigen Anwesenheit größerer Mengen von Rohrzucker, welcher an der Reduktion der Kupferlösung sich stets in gewissen, wenn auch engen Grenzen beteiligt, Schwierigkeiten, die durch die Gegenwart von mancherlei, auf Fehlingsche Lösung zersetzend wirkenden Nichtzuckerstoffen noch erhöht werden können.

Man vermag die dabei in Frage tretenden Umstände im allgemeinen noch so wenig zu beherrschen, daß man sich vorläufig darauf beschränken muß, bei dem Mangel an absolut richtigen Zahlen wenigstens solche zu erzielen, welche annähernd richtig sind. Die Reinheit und Zusammensetzung, die Konzentration und das gegenseitige Mengenverhältnis der verschiedenen Lösungen zueinander, die Zeitdauer, während welcher sie in Berührung bleiben, die Temperatur und die Art der Erhitzung und der benutzten Gefäße und manche andere Umstände noch beeinflussen die Zersetzung der Kupferlösung, die Menge des dabei sich ausscheidenden Oxyduls und damit die darauf zu gründenden Schlußfolgerungen und Berechnungen ganz außerordentlich. Es ist deshalb durchaus erforderlich, bei gleichartigen Untersuchungsgegenständen stets genau dieselben Verhältnisse und die nachstehend gegebenen, auf Vereinbarungen der maßgebenden Stellen sich stützenden Vorschriften[1]) in jeder Beziehung einzuhalten.

Wie schon oben, S. 134 gesagt, wird nach Handelsgebrauch ein bei der quantitativen Bestimmung gefundener Betrag an Invertzucker in einem Handelszucker nicht gesondert mit in die prozentische Zusammensetzung desselben eingestellt, sondern ist in dem für „organischen Nichtzucker" sich berechnenden Betrage mit enthalten. Der Betrag für den gefundenen Invertzucker wird daneben für sich aufgeführt.

a) Qualitative Bestimmung.

Bei Ausführung derselben wird bezüglich der Menge der zuckerhaltigen Substanz und der Fehlingschen Lösung sowie der Dauer des Kochens genau so verfahren wie bei den quantitativen Bestimmungen. (10 g Zucker in 50 ccm Wasser gelöst, oder, wenn vorhanden, 38,4 ccm der Polarisationsflüssigkeit, mit Wasser auf 50 ccm verdünnt, werden mit 50 ccm frisch gemischter Fehlingscher Lösung zwei Minuten lang in einem Becherkolben von 250 ccm Fassungsraum gekocht.) Ergibt sich dabei keine oder eine offensichtlich nicht wägbare Ausscheidung

---

[1]) Zeitschrift 1886, S. 6; 1890, S. 439.

von rotem Kupferoxydul, so ist auf Abwesenheit von Invertzucker zu erkennen [1]).

b) Quantitative Bestimmung [Methode Herzfeld [2])].

Die Ausführung der Untersuchung ist eine verschiedene, je nachdem der zu untersuchende Zucker über oder unter 1 Proz. Invertzucker enthält, und richtet sich nach dem Ausfall nachstehender Vorprüfung:

Man löst in einer Porzellanschale oder einer weiten Reagenzröhre 5 g Zucker in 20 ccm heißen Wassers, oder nimmt, wenn vorhanden, 20 ccm Polarisationsflüssigkeit, fügt 12 ccm frisch gemischter Fehlingscher Lösung hinzu, mischt gut und kocht zwei Minuten lang. Bleibt nach dem Absitzen des entstandenen roten Niederschlages die Flüssigkeit blau oder gibt sie, filtriert, mit einer durch Essigsäure angesäuerten Lösung von gelbem Blutlaugensalz eine braune Fällung (von Ferrocyankupfer), so enthält der Zucker unter, oder doch nicht wesentlich über 1 Proz. Invertzucker, und man verfährt dann nach Vorschrift I; zeigt sich aber die Flüssigkeit völlig entfärbt, oder tritt die gedachte Kupferreaktion nicht ein, so ist Vorschrift II anzuwenden.

Vorschrift I. Man wägt 27,5 g Zucker genau ab, spült mit Wasser in ein 125-ccm-Kölbchen, löst, klärt mit Bleiessig usw. — genau wie zum Zwecke der Polarisation (S. 127 u. f.) —, füllt bis zur Marke auf, mischt und filtriert.

In einen trockenen (oder, wenn naß, vorher mit einem Anteil des Filtrates ausgespülten) Maßkolben mit 100- und 110-Marke mißt man 100 ccm des Filtrates ab, fällt das überschüssig zugesetzte Bleisalz durch Zusatz von 10 ccm Natriumkarbonatlösung (bis zur zweiten Marke), mischt und filtriert abermals.

Trübe laufende Filtrate gießt man wiederholt auf das Filter zurück, bis sie klar erscheinen.

Von Zuckern, welche wegen ihrer Reinheit einer Klärung mit Blei-

---

[1]) Die mehrerwähnten österreichischen „Beschlüsse" schreiben vor: „Der qualitative Nachweis des Invertzuckers ist mit Soldainischem Reagens vorzunehmen, wobei 10 g Zucker in 100 ccm Soldainischem Reagens zu lösen sind, worauf die Mischung durch fünf Minuten, vom Beginn des Kochens an gerechnet, gekocht wird." (Zeitschrift 1899, S. 556.) Wegen Bereitung von Soldainis Reagens s. Anhang II. Nach den Beschlüssen der diesbezüglichen deutschen Sachverständigenkommission ist „die Verwendung der Soldainischen Lösung bei Handelsanalysen zu vermeiden". (Zeitschrift 1890, S. 179, 439.)

[2]) Beschluß der internationalen Kommission: „Die quantitative Bestimmung des Invertzuckers in Rohzuckern ist nach der Methode Dr. A. Herzfelds (Zeitschrift des Vereins für die Rübenzuckerindustrie des Deutschen Reiches 1886, S. 6 u. 7) auszuführen." (Zeitschrift 1900, S. 362.)

essig nicht bedürfen, löst man 20,0 g zu 100 ccm Flüssigkeit, mischt und filtriert [1]).

50 ccm des auf die eine oder andere Weise erhaltenen Filtrates = 10,0 g der ursprünglich abgewogenen Zuckermenge werden in einen Becherkolben von 250 ccm Fassungsraum pipettiert, mit 50 ccm frisch gemischter Kupferlösung versetzt und nun genau nach der S. 112 gegebenen Vorschrift erhitzt. Die eigentliche Kochdauer, die man von dem Zeitpunkt an rechnet, wo Blasen nicht nur aus der Mitte, sondern auch an den Wandungen des Gefäßes aufsteigen, wird auf genau zwei Minuten bemessen, worauf die Hinzufügung von 100 ccm kalten Wassers und sofortige Filtration, entweder durch ein Papierfilter oder eine Asbeströhre erfolgt.

Der nach stattgehabter Reduktion (S. 114 u. f.) durch die Schlußwägung ermittelte Betrag an Kupfer läßt in nachstehender Tabelle V die demselben entsprechende Menge Invertzucker ohne weitere Rechnung ablesen, und zwar gleich in Prozenten des untersuchten Zuckers [2]).

---

[1]) Ist der Zucker bereits polarisiert und, wie üblich, mit einer nur geringen Menge Bleiessig geklärt worden, so kann man auch, ohne eine Entbleiung vorzunehmen, 38,4 ccm der Polarisationsflüssigkeit (10,0 g Zucker enthaltend) abmessen und zur Analyse verwenden. Um gleiche Flüssigkeitsmengen zu erhalten, sind noch 11,6 ccm Wasser = 50 ccm Gesamtmenge zuzusetzen.

[2]) Da reiner Rohrzucker sowie invertzuckerfreie Rübenzucker bei vorstehender Behandlung erwiesenermaßen stets geringe Mengen (bis 25 mg) Kupfer finden lassen, die quantitative Bezifferung sehr geringer Mengen von Invertzucker aber aus den oben erwähnten Ursachen auf vorläufig nicht zu überwindende Schwierigkeiten stößt, so war vereinbart worden (Zeitschrift 1890, S. 441), daß bei einem Befunde von Kupfer unter 50 mg (aus 10,0 g Zucker) auf Abwesenheit von Invertzucker zu schließen und in dem betreffenden Atteste anzugeben sei: „Invertzucker quantitativ nicht bestimmbar."

In den „Schlußscheinbedingungen des Deutschen Zuckerexportvereins zu Magdeburg, gültig vom 1. Mai 1909 an", bestimmt der § 4: „Invertzucker unter 0,05 ist als nicht vorhanden mit dem Zeichen 0,0 in den Attesten aufzuführen". Demgemäß wird jetzt überall in solchem Falle „Invertzucker = 0,0" gesetzt, obschon in dem Wortlaut des obenstehenden Satzes warnend ausgesprochen sein sollte, daß der Zucker in bezug auf den Gehalt an Invertzucker nicht ganz einwandfrei und deshalb auf die Dauer möglicherweise nicht haltbar sei. Die mehrerwähnten „Beschlüsse" der österr.-ungar. öffentl. Chemiker der Zuckerindustrie bestimmen in dieser Beziehung folgendermaßen:

„Bei Aufträgen auf Invertzuckerbestimmungen wird bei jenen Zuckern, welche weniger als 50 mg Kupfer ausscheiden, also weniger als 0,05 Proz. Invertzucker enthalten, die ausgeschiedene Kupfermenge in einem besonderen Zertifikat mitgeteilt. Dieses Zertifikat hat zu lauten:

„Zertifikat

über die quantitative Invertzuckerbestimmung im Rohzucker:

bezeichnet: gesiegelt:

Tabelle V[1])

zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Rohrzucker aus dem gefundenen Kupfer und Anwendung von 10 g Substanz.

Kupfer mg	Invertzucker Proz.	Kupfer mg	Invertzucker Proz.	Kupfer mg	Invertzucker Proz.
50	0,05	120	0,40	185	0,76
55	0,07	125	0,43	190	0,79
60	0,09	130	0,45	195	0,82
65	0,11	135	0,48	200	0,85
70	0,14	140	0,51	205	0,88
75	0,16	145	0,53	210	0,90
80	0,19	150	0,56	215	0,93
85	0,21	155	0,59	220	0,96
90	0,24	160	0,62	225	0,99
95	0,27	165	0,65	230	1,02
100	0,30	170	0,68	235	1,05
105	0,32	175	0,71	240	1,07
110	0,35	180	0,74	245	1,10
115	0,38				

Vorschrift II. Überschreitet der Gehalt an Invertzucker nach dem Ausfall der Prüfung (S. 147 unter b) den durch die obenstehende Tabelle V gegebenen Grenzwert (1,10 Proz.), so muß die zur Fällung anzuwendende Substanzmenge angemessen verringert werden, weil anderenfalls die vorgeschriebenen 50 ccm Fehlingscher Kupferlösung nicht ausreichend sein würden, um die Reaktion quantitativ durchzuführen.

Zur Feststellung, wieviel Substanz man nehmen darf, löst man zunächst zu einer Vorprüfung 10,0 g Zucker in einem 100-ccm-Kölbchen, klärt, wenn erforderlich, mit Bleiessig unter Vermeidung eines größeren Überschusses, füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert. Von dem Filtrat pipettiert man je 1, 2, 4, 6, 8 ccm (also je 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 g Zucker enthaltend) in Reagenzröhren, setzt zu jeder Probe je 5 ccm Fehlingscher Lösung und erhitzt dieselben der Reihe nach zum Kochen, indem man beobachtet, bei welchem

---

Der Rohzucker (10 g) scheidet aus der Fehlingschen Lösung, nach Herzfeld bestimmt, ... mg Kupfer aus und ist laut den Beschlüssen der im Dienste der österr.-ungar. Zuckerindustrie stehenden öffentlichen Chemiker als invertzuckerfrei zu betrachten.

Minimalste Grenzausscheidung = 50 mg Kupfer."

Zweifellos wird durch die Bekanntgabe der „ausgeschiedenen Kupfermenge" die Beschaffenheit des betreffenden Zuckers und sein Wert als Lagerzucker angemessen gekennzeichnet.

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1885, S. 967.

Mischungsverhältnisse nach dem Kochen noch Kupferlösung unzersetzt, die über dem roten Niederschlage stehende Flüssigkeit also noch deutlich blau verbleibt.

Tritt dieses z. B. bei Anwendung von 6 ccm Zuckerlösung ein (0,6 g Zucker + 5,0 ccm Kupferflüssigkeit), so würde demnächst auch das Zehnfache, also auf 50 ccm Kupferflüssigkeit 6,0 g Zucker zur Fällung kommen dürfen; bleibt jedoch die Mischung von 5 ccm Kupferlösung und nur 4 ccm Zuckerlösung (0,4 g Zucker) noch blau, so darf man zur Analyse auch nicht mehr als 4,0 g Zucker verwenden.

Bei Ausführung der Untersuchung verfährt man zunächst genau, wie bei I angegeben, löst 27,5 g Zucker in einem 125-ccm-Kölbchen und prüft zunächst mittels eines hineingeworfenen, kleinen Stückchens Lackmuspapier, ob die Lösung sauer oder alkalisch. Im letzteren Falle ist sie durch Zusatz einiger Tropfen Essigsäure zu neutralisieren und dann erst mit einer Auflösung von neutralem essigsauren Blei zu klären[1]). Man füllt dann mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert. Von diesem Filtrat aber verwendet man nicht, wie dort, 100 ccm, sondern bringt mittels der Pipette je nach dem Ausfall der Vorprüfung 80, 60, 40, 20 oder 10 ccm Flüssigkeit (je 17,6, 13,2, 8,8, 4,4, 2,2 g Zucker enthaltend) in einen Maßkolben mit 100-, bzw. 110-Marke, fügt Wasser bis zur ersten, Natriumkarbonatlösung bis zur zweiten Marke hinzu, mischt und filtriert. 50 ccm dieses Filtrates (je nach der stattgehabten Abmessung entweder 8, 6, 4, 2 oder 1 g Zucker enthaltend) werden nun im Becherkolben mit 50 ccm frisch gemischter Fehlingscher Kupferlösung in bekannter Weise zwei Minuten lang gekocht; der Niederschlag wird filtriert, reduziert und gewogen.

Vor Benutzung der hierher gehörenden Umrechnungstabelle VI ist zunächst das gegenseitige Mengenverhältnis von Rohrzucker zu Invertzucker, $R:J$, auszumitteln, welches in dem zur Untersuchung vorliegenden Zuckermuster besteht; denn es ist, wie schon oben betont wurde, die Fällung von Kupferoxydul ihrer Menge nach abhängig von der Menge des gleichzeitig in der Lösung vorhandenen Rohrzuckers, der sich dementsprechend an der Reduktion beteiligt.

Die Berechnung erfolgt durch nachstehende Formeln, in welchen *Cu* die Menge des gewogenen Kupfers bedeutet, *p* die des angewandten Zuckers und *Pol.* den Betrag der Polarisation desselben. *Z* dient zum Hinweis auf die senkrechten Spalten, $R:J$ zum Hinweis auf die wagerechten Spalten der nachfolgenden Tabelle VI.

---

[1]) Man vergleiche die Bemerkung unter S. 128.

Tabelle VI[1]).

Rechnungsfaktoren bei Bestimmung von mehr als 1 Prozent Invertzucker im Zucker.

Verhältnis von Rohrzucker zu Invertzucker ($R:J$)	Annähernde absolute Menge Invertzucker (Z)						
	200 mg	175 mg	150 mg	125 mg	100 mg	75 mg	50 mg
0 : 100	56,4	55,4	54,5	53,8	53,2	53,0	53,0
10 : 90	56,3	55,3	54,4	53,8	53,2	72,9	52,9
20 : 80	56,2	55,2	54,3	53,7	53,2	52,7	52,7
30 : 70	56,1	55,1	54,2	53,7	53,2	52,6	52,6
40 : 60	55,9	55,0	54,1	53,6	53,1	52,5	52,4
50 : 50	55,7	54,9	54,0	53,5	53,1	52,3	52,2
60 : 40	55,6	54,7	53,8	53,2	52,8	52,1	51,9
70 : 30	55,5	54,5	53,5	52,9	52,5	51,9	51,6
80 : 20	55,4	54,3	53,3	52,7	52,2	51,7	51,3
90 : 10	54,6	53,6	53,1	52,6	52,1	51,6	51,2
91 : 9	54,1	53,6	52,6	52,1	51,6	51,2	50,7
92 : 8	53,6	53,1	52,1	51,6	51,2	50,7	50,3
93 : 7	53,6	53,1	52,1	51,2	50,7	50,3	49,8
94 : 6	53,1	52,6	51,6	50,7	50,3	49,8	48,9
95 : 5	52,6	52,1	51,2	50,3	49,4	48,9	48,5
96 : 4	52,1	51,2	50,7	49,3	48,9	47,7	46,9
97 : 3	50,7	50,3	49,8	48,9	47,7	46,2	45,1
98 : 2	49,9	48,9	48,5	47,3	45,8	43,3	40,0
99 : 1	47,7	47,3	46,5	45,1	43,3	41,2	38,1

1. $\frac{Cu}{2} = Z$, **annähernde absolute Menge Invertzucker**[2]),

2. $\frac{100 \times Z}{p} = Y$, **annähernde prozentische Menge Invertzucker,**

---

[1]) Von **Meißl** und **Hiller**, Zeitschrift 1889, S. 735.

[2]) Die Zersetzung der **Fehlingschen** Kupferlösung durch die Lösung reduzierender Zuckerarten läßt sich durch chemische Formeln nicht ausdrücken, da sich die Reaktion nicht mit stöchiometrischer Gesetzmäßigkeit vollzieht und die Zersetzungsprodukte je nach den begleitenden Umständen, wie schon S. 146 hervorgehoben wurde, der Menge nach verschieden ausfallen.

Dagegen ist durch zahlreiche Versuche festgestellt worden, daß die Menge des Invertzuckers annähernd gleich ist der Hälfte der Kupfermenge, welche bei dem Kochen mit **Fehlingscher** Lösung in Form von Kupferoxydul ausgeschieden wird. Daher der Ausdruck $\frac{Cu}{2}$ in obiger Formel. (**Hiller**, Zeitschrift 1889, S. 736. **Wein**, Tabellen zur quantitativen Bestimmung der Zuckerarten, 1888.) So entsprechen z. B. 98 mg Cu = 50,0 mg Invertzucker, 120 mg Cu = 61,5 mg, 180 mg Cu = 93,2 mg Invertzucker usw.

3. $\frac{100 \times Pol.}{Pol. + Y} = R$, Verhältniszahl für den Rohrzucker,

4. $100 - R = J$, Verhältniszahl für den Invertzucker,

mithin $R : J$ = Verhältnis von Rohrzucker zu Invertzucker. Die so gefundenen Zahlenwerte lassen aus der Tabelle einen Faktor F finden, welcher zu der Schlußrechnung dient:

5. $\frac{Cu}{p} \times F$ = richtige Prozente Invertzucker.

Beispiel: Ein stark invertzuckerhaltiges Nachprodukt polarisierte 90,1 (*Pol.*); bei der Vorprüfung blieb die Mischung von 6,0 ccm Zuckerlösung mit 5,0 ccm Kupferlösung noch deutlich blau, wonach demnächst also 60 ccm Filtrat zur Fällung zu nehmen waren, welche 6,0 g Zucker (p) enthielten und bei der Schlußwägung 0,242 g Kupfer (Cu) lieferten. Die Einstellung dieser Zahlen in obenstehende Formeln gibt folgende Werte:

1. $\frac{0,242}{2} = 0,121 = Z$,

2. $\frac{100 \times 0,121}{6} = 2,01 = Y$,

3. $\frac{100 \times 90,1}{90,1 + 2,01} = 97,8 = R$,

4. $100 - 97,8 = 2,2 = J$,

mithin $R : J = 97,8 : 2,2$.

Das diesem Zahlenverhältnis 97,8 zu 2,2 am nächsten kommende Verhältnis in der mit $R : J$ überschriebenen, ersten, senkrechten Spalte der Tabelle VI ist das vorletzte, nämlich 98 : 2, während dem in Formel 1 für Z gefundenen Werte 0,121 die in der obersten Querspalte der Tabelle befindliche Zahl 0,125 am nächsten steht. Der Schnittpunkt der betreffenden beiden Spalten läßt als Faktor F die Zahl 47,3 ablesen, welche in die Formel 5 eingestellt:

5. $\frac{0,242}{6} \times 47,3 = 1,90$ Prozent Invertzucker

als richtigen Wert ergibt.

Es stehen bisweilen zur Untersuchung nur so kleine Muster zu Gebote, daß die zur Bestimmung des Invertzuckers nach Herzfeld's Methode erforderliche Menge Substanz nicht zur Verfügung bleibt.

Für solche Fälle hat Baumann[1]) auf Grund sorgfältiger Versuche die umstehende Tabelle VII berechnet, welche die Verwendung von nur 5 g Zucker gestattet.

---

[1]) Zeitschrift 1892, S. 824.

Ist die Benutzung derselben geboten, so löst man 10 g Zucker — je nach Erfordern mit oder ohne Bleiessigzusatz — mit Wasser in einem Maßkölbchen zu 50 ccm und verwendet vom Filtrat 25 ccm; oder man nimmt, wenn vorhanden, 19,2 ccm der Polarisationsflüssigkeit, fügt im ersteren Falle 25 ccm, im letzteren 30,8 ccm Wasser (= 50 ccm Gesamtflüssigkeit) und 50 ccm Fehlingscher Lösung hinzu und verfährt im übrigen genau nach Vorschrift I. Auch diese Tabelle läßt, wie jene auf S. 149, ohne jede weitere Berechnung neben dem ermittelten Kupferbetrage den Prozentgehalt an Invertzucker in der untersuchten Substanz ablesen.

Tabelle VII.

zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Rohrzucker aus dem gefundenen Kupfer bei Anwendung von 5 g Substanz. (Von Baumann.)

Kupfer mg	Invertzucker Proz.	Kupfer mg	Invertzucker Proz.	Kupfer mg	Invertzucker Proz.
(35)	(0,04)	135	1,10	230	2,16
40	0,09	140	1,15	235	2,21
45	0,14	145	1,21	240	2,27
50	0,19	150	1,26	245	2,33
55	0,25	155	1,31	250	2,39
60	0,30	160	1,37	255	2,44
65	0,35	165	1,42	260	2,50
70	0,40	170	1,48	265	2,56
75	0,45	175	1,54	270	2,62
80	0,51	180	1,59	275	2,68
85	0,56	185	1,65	280	2,74
90	0,61	190	1,70	285	2,79
95	0,66	195	1,76	290	2,85
100	0,72	200	1,82	295	2,91
105	0,77	205	1,87	300	2,97
110	0,83	210	1,93	305	3,03
115	0,88	215	1,98	310	3,09
120	0,93	220	2,04	315	3,15
125	0,99	225	2,10	320	3,21
130	1,04				

E. Bestimmung des Raffinosegehaltes.

Hat das Vorhandensein von Raffinose (namentlich in Produkten der Melasse-Entzuckerungsverfahren) die Anwendung der optischen Inversionsmethode nach S. 133 erforderlich gemacht, so berechnet sich, wie dort angegeben, der Gehalt an Rohrzucker Z nach der Formel:

$$Z = \frac{(0,5124\,P) - J}{0,8390},$$

und danach der Gehalt an Raffinoseanhydrid R nach der Formel:

$$R = \frac{P - Z}{1,852},$$

wobei P den Betrag der direkten Polarisation und J den Drehungsbetrag nach stattgehabter Inversion, auf das ganze Normalgewicht berechnet, bedeutet[1]).

Liegt ein Anlaß vor, die Raffinose nicht als Anhydrid, sondern als Hydrat aufzuführen, so lautet die betreffende Formel:

$$R = \frac{P - Z}{1,572}.$$

Die Zahl 1,852 ist der Betrag, um welchen das Drehungsvermögen des Raffinoseanhydrids, die Zahl 1,572 diejenige, um welche der Drehungsbetrag des Raffinosehydrats stärker ist als der des Rohrzuckers.

Ein Beispiel findet sich bereits auf S. 109. Die Polarisation vor der Inversion P betrug daselbst $+ 94,5^0$, der Rohrzuckergehalt $Z = 90,6$ Proz. Mit Einstellung dieser Werte in die erstaufgeführte Formel erhält man:

$$R = \frac{94,5 - 90,6}{1,852} = 2,11 \text{ Proz. Raffinoseanhydrid,}$$

in gleicher Weise mit der letzteren Formel 2,48 Proz. Raffinosehydrat.

Bei stark durch andere Nichtzuckerstoffe verunreinigten Zuckern, namentlich aber bei Gegenwart größerer Mengen Invertzucker wird die Bestimmung der Raffinose nach obengedachter Methode sehr unsicher. Stellt sich die Notwendigkeit heraus, den Gehalt an Rohrzucker in einem stark invertzucker- und gleichzeitig raffinosehaltigen Handelszucker tunlichst genau bestimmen zu müssen — es könnte sich nur um Mischzucker oder um ein geringes Nachprodukt aus Melasse-Entzuckerungsanstalten handeln —, so ist nach 4, S. 180 zu verfahren, wo eine solche Bestimmungsmethode für Melassen, bei welchen eine derartige Zusammensetzung sich bisweilen findet, ausführlich angegeben worden ist.

F. Bestimmung der Farbe.

Zur Bestimmung der Farbe der verschiedenen zuckerhaltigen Fabrikationsprodukte — wie zugleich auch zur Bestimmung der Entfärbungskraft der Knochenkohle — dient der Vergleich zweier Farben, deren eine eine unveränderliche „Normalfarbe“ ist, auf welche die der zu prüfenden Flüssigkeit bezogen wird.

Zu der im allgemeinen selten ausgeführten Bestimmung benutzt man das von Schmidt & Haensch verbesserte Farbenmaß von Stammer, Fig. 69, welches bei gleichmäßiger Handhabung brauchbare Ergebnisse in Form absoluter Zahlen gibt.

---

[1]) Wegen des Vorzeichens von J in der Formel beachte man die Anmerkung auf S. 109.

Der Apparat besteht aus dem unten durch eine farblose Glasscheibe geschlossenen, oben offenen und mit einem Ausguß versehenen röhrenförmigen Gefäße A, welches die zu prüfende Flüssigkeit aufzunehmen bestimmt ist, und dem ebenfalls unten durch farbloses Glas geschlossenen und in A verschiebbaren Tauchrohr B, durch dessen Hebung oder Senkung der in A befindlichen Flüssigkeit ein höherer oder niedrigerer Stand gegeben werden kann.

Fig. 69.

Neben diesem Tauchrohre B und durch die Farbenvergleichsvorrichtung P mit ihm fest verbunden und gemeinschaftlich mittels des seitlichen Triebes T auf und ab verschiebbar, befindet sich das Farbenglasrohr C, welches, leicht über eine feststehende, beiderseits offene Blendröhre gleitend, durch diese bei der Bewegung Führung erhält, während letztere zugleich auch die Abblendung des Lichtes bewirkt, wenn C in die Höhe geschraubt wird.

Hinter den beiden Doppelrohren steht eine starke Metallsäule F, welche die Zahnstange für den Trieb T und auf ihrer ganzen Höhe eine in Millimeter geteilte, unten mit 0 beginnende und oben mit etwa 300 endigende Skala trägt. Auf dieser Säule gleitet, durch den Trieb T gehalten und bewegt und den Bewegungsmechanismus einschließend, eine kräftige Metallhülse, mit der das Farbenglasrohr C bei J fest verschraubt ist und demnach, gemeinsam mit der Tauchröhre B, jeder Bewegung des Triebes aufwärts oder abwärts folgen muß. Ein auf der Metallhülse befestigter Zeiger, der sich mit ihr an der Skala entlang bewegt, dient zur Ablesung der vorgenommenen Höhenverschiebung.

Am Fuße des Apparates ist eine weiße Glasplatte angebracht, durch welche das Licht in passendem Winkel in die Rohre geworfen wird. Der obere, zur Beobachtung dienende Teil P ist mit einer optischen Vorrichtung derart versehen, daß die Gesichtsfelder beider Rohre B und C, durch das Fernrohr H betrachtet, sich als eine einzige, durch einen feinen Strich in zwei gleiche Hälften geteilte Kreisscheibe darstellen.

Die für den Apparat hergestellten Farbengläser, welche zum Vergleich mit den zu prüfenden Flüssigkeiten dienen und das Maß für deren Färbung abgeben, bestehen aus Glasscheiben von einem ganz bestimmten gelben, durch physikalische Messungen festgelegten Farbenton. Die von zwei derartigen Glasscheiben hervorgerufene Färbung gilt als Normalfarbe und wird mit 100 bezeichnet. Außerdem sind dem Instrumente noch zwei einfache Farbegläser beigegeben, die einzeln an Stelle des Normalglases oder mit demselben zugleich benutzt werden können; man erhält so die halbe, anderthalbfache oder doppelte Normalfarbe zur Benutzung bei sehr hellen oder sehr dunklen Flüssigkeiten.

Diese gefärbten Glasscheiben werden, je nach Bedarf, oben in das Rohr C eingelegt, und zu diesem Zwecke ist der Teil P abnehmbar. Steht der Zeiger bei T auf dem Nullpunkt der Skala, dann liegt die das Tauchrohr B verschließende Glasplatte genau auf der Verschlußplatte des Gefäßes A, das eintretende Licht bleibt also, auch wenn in A eine gefärbte Flüssigkeit enthalten ist, durch diese unbeeinflußt und ungefärbt, die Höhe der Flüssigkeitsschicht zwischen A und B ist $= 0$. Beim Heben des Tauchrohres B, vermittelst Drehen von T, tritt aber die Flüssigkeit unter B, und mit der wachsenden, an der Skala ersichtlichen Höhe der Flüssigkeitsschicht wächst natürlich auch ihre Farbentiefe.

Beim Gebrauche des Apparates gibt man ihm eine solche Stellung, daß die weiße Glasplatte volles Licht erhält, füllt die zu prüfende Flüssigkeit, die völlig klar und zu diesem Zwecke sorgfältig filtriert sein muß, in das Gefäß A, legt das entsprechende Farbenglas in C ein, stellt das Fernrohr so, daß der die beiden Halbscheiben des Gesichtsfeldes trennende Strich dem Auge vollkommen deutlich erscheint und sucht dann durch Drehen an T unter fortwährendem Beobachten den Punkt, bei welchem die beiden Hälften des Gesichtsfeldes gleiche Färbung zeigen.

Die Höhe der Flüssigkeitsschicht wird dann an der Skala abgelesen. Man tut wohl, einige Male einzustellen und aus den Beobachtungen das Mittel zu nehmen.

Da die Farbe der Flüssigkeit im umgekehrten Verhältnis zu der Höhe der Schicht derselben steht, welche erforderlich ist, um eine bestimmte Farbe hervorzubringen, und diese letztere hier durch 100 ausgedrückt ist, so erhält man die Farbe der Flüssigkeit, indem man die abgelesene Millimeterzahl in 100 dividiert.

Die Reinigung des Instrumentes ist leicht zu bewerkstelligen. Werden mehrere Beobachtungen nacheinander ausgeführt, so genügt Ausgießen des Rohres A und dann Nachspülen desselben mit den zu beobachtenden Flüssigkeiten selbst. Anderenfalls schraubt man das Rohr B so hoch, daß es über das Gefäß A hinausragt, dann läßt sich letzteres leicht seitlich aus einer Schienenführung seiner Bodenplatte herausziehen. Das Rohr B reinigt man am besten mit nassem Filtrierpapier.

Zur Ausführung der Untersuchung löst man von einem Zucker, dessen Gehalt an reinem Zucker durch die gewöhnliche Polarisation vorher festgestellt war, eine bestimmte, einfache Menge, am geeignetsten 20,0 g, von sehr dunklen Zuckern entsprechend weniger, zu 100 ccm Flüssigkeit und ermittelt auf die angegebene Weise deren Farbe. Die berechnete Zahl bezieht man auf 100 Gew.-Tle. reinen Zuckers.

Beispiel. 20,0 g eines Rohzuckers von 90,5 Proz. Zuckergehalt sind zu 100 ccm Flüssigkeit gelöst, welche 16,0 an der Skala des Farbenmaßes anzeigte, also 16,0 mm Höhe bedurfte, um Farbengleichheit im Apparate zu bewirken. Die Farbe ist demnach:

$$\frac{100}{16,0} = 6,25.$$

Da der absolute Zuckergehalt der untersuchten Substanz 90,5 Proz. betrug, so enthalten die zur Prüfung verwendeten 20,0 g Rohzucker nach dem Ansatze:

$$100 : 90,5 = 20,0 : x,$$
$$x = 18,1 \text{ g reinen Zuckers.}$$

Zur Berechnung der gefundenen Farbenzahl auf 100 Gew.-Tle. reinen Zuckers ist anzusetzen:

$$18,1 : 6,25 = 100 : x,$$
$$x = 34,5 \text{ Proz.,}$$

welche Zahl also die Farbe des untersuchten Rohzuckers für 100 Tle. darin enthaltenen reinen Zuckers ausdrückt.

G. Prüfung auf schweflige Säure.

Die schweflige Säure (Schwefeldioxyd) dient bekanntlich in der Zuckerfabrikation im wesentlichen als ein Bleichmittel für dunkle Säfte, welche zu diesem Zwecke mit der gasförmigen Säure, ähnlich wie mit Kohlensäure „saturiert“ werden [1]). Bei diesem Verfahren entstehen in

---

[1]) Die schweflige Säure wird entweder als Gas im „Schwefelofen“ durch Verbrennung von festem Schwefel erzeugt, oder in durch Druck und Abkühlung verflüssigter Form im Kesselwagen als „flüssige“ schweflige Säure bezogen.

den Säften gewisse Mengen schwefligsaurer Salze, welche, schwer löslich, zum größten Teile sich ausscheiden, jedoch zu kleinen Anteilen denselben verbleiben und sich schließlich auch in den dargestellten Zuckern vorfinden können. Der Nachweis so stattgehabter „Schwefelung“ wird bisweilen gefordert.

Man verwendet 10 bis 15 g Zucker, löst in einem kleinen Kolben mit etwa 25 ccm destilliertem Wasser, fügt einige Stückchen (0,3 bis 0,4 g) Magnesiumdraht[1]) nebst 5 ccm reiner Salzsäure hinzu und hängt mittels eines lose aufgesetzten Korkes einen Streifen befeuchtetes Bleipapier so in den Hals des Kolbens, daß er von der Flüssigkeit noch nicht berührt wird.

Ist schweflige Säure vorhanden, so wird dieselbe durch die Salzsäure aus ihren Verbindungen freigemacht, sie setzt sich mit dem durch Magnesium und Salzsäure gleichzeitig entwickelten Wasserstoffgase sofort zu Wasser und Schwefelwasserstoffgas um, und durch letzteres wird das Bleipapier unter Bildung von dunklem Schwefelblei mehr oder weniger gebräunt.

Bei Abwesenheit von schwefliger Säure tritt eine Bräunung des Bleipapieres nicht ein.

H. Bestimmung der Alkalität.

Unter Alkalität versteht man in der Zuckerfabrikation die alkalische Reaktion zuckerhaltiger Substanzen, ohne weitere Berücksichtigung, welche alkalischen Stoffe diese Eigenschaft verursachen.

Man mißt den Grad der Alkalität, indem man auf dem Wege der Titriermethode diejenige Menge Säure bestimmt, welche zur Neutralisation der alkalischen Reaktion erforderlich ist.

Die Alkalität der verschiedenen Fabrikationsprodukte wird durch die Oxyde und Kohlensäuresalze des Kaliums, Calciums und Ammoniums, welche letztere durch längeres Kochen allmählich ausgetrieben werden, bedingt und hervorgerufen, doch hat es sich in der Praxis eingeführt, die verwendete Menge der „Probesäure“ auf das Calciumoxyd allein zu beziehen und die Größe oder Stärke der Alkalität in Prozenten „Ätzkalk“ auszudrücken. (In manchen Fällen, namentlich bei Alkalitätsbestimmungen von Melassen, wird dieselbe richtiger in Prozenten Kali angegeben.)

Zur Feststellung, ob ein Zucker alkalische Reaktion besitzt oder nicht, kann man seine wässerige Lösung mit empfindlichem neutralen Lackmuspapier oder gelbem Curcumapapier prüfen. Das erstere färbt sich mehr oder weniger blau, das letztere braun, je nach der Stärke der vorhandenen Alkalität.

---

[1]) Magnesium ist dem sonst hier benutzten Zink vorzuziehen, weil letzteres nicht selten schwefelhaltig ist und somit selbst Anlaß zur Bildung von Schwefelwasserstoff geben kann.

Bei deutschen Handelsanalysen hat man von diesen beiden Indikatoren abgesehen und benutzt ausschließlich Phenolphtaleïn [1]).

Von der Annahme ausgehend, daß nichtalkalische oder gar saure Zucker für die Zwecke der Raffination und des Exportes oder für längeres Lagern weniger geeignet sind als solche von alkalischer Reaktion, haben die am Zuckerhandel beteiligten Kreise Deutschlands in die „Bedingungen für den Handel mit Rohzucker“ [2]) die Bestimmung aufgenommen, daß „saure Reaktion (Indikator Phenolphtaleïn)“ zu einem Abzug bei der Wertbemessung der Ware „berechtigen“ soll.

Die im Laboratorium des Vereins der deutschen Zuckerindustrie ausgearbeitete Vorschrift zu dieser Prüfung auf Alkalität, zu deren Innehaltung die am Zuckerhandel beteiligten deutschen Handelschemiker sich verpflichtet haben, lautet zurzeit folgendermaßen:

Vorschrift für die Ausführung der Alkalitätsbestimmung für Rohzucker [3]).

„Zur Ausführung der Alkalitätsbestimmung benötigt man einer Reihe von Flüssigkeiten, deren Herstellung zunächst beschrieben werden soll.

1. Eine konzentrierte Phenolphtaleïnlösung.

„Eine konzentrierte Phenolphtaleïnlösung wird hergestellt durch Lösen käuflichen Phenolphtaleïns in 90proz. Alkohol, und zwar im Verhältnis 1 : 30.

Bei der Untersuchung sollen von dieser Lösung auf je 100 ccm Flüssigkeit zwei Tropfen genommen werden.

Das käufliche Phenolphtaleïn ist mehr oder weniger sauer reagierend, worauf jedoch keinerlei Rücksicht genommen wird. Die Phenolphtaleïnlösung wird nicht neutral oder schwach alkalisch gemacht.

2. Das Lösungswasser.

„Zur Bereitung des Lösungswassers wird eine größere Menge frisch ausgekochten destillierten Wassers mit $^1/_{2000}$ seines Volumens an Phenolphtaleïnlösung (also z. B. 10 Liter Wasser mit 5 ccm der Phenolphtaleïnlösung) versetzt und darauf mit Natronlauge so stark alkalisch

---

[1]) In Österreich-Ungarn ist nach den mehrerwähnten „Beschlüssen der österr.-ungar. Chemiker“ als Indikator Lackmus „entweder in frisch bereiteter, empfindlicher Lösung oder als frisches Lackmuspapier zu verwenden“ und genau anzugeben, ob der Zucker „alkalisch, sauer oder neutral reagiert“.

[2]) „Bedingungen für den Handel mit Rohzucker. Revidiert vom Ausschusse des Vereins der deutschen Zuckerindustrie unter Zustimmung der beiden Abteilungen dieses Vereins sowie des Deutschen Zuckerexportvereins zu Magdeburg und des Vereins der am Zuckerhandel beteiligten Firmen in Hamburg am 7. Februar 1906“. (Zeitschrift 1906, I, S. 104.) Vgl. auch S. 145.

[3]) Festgestellt in der Versammlung der Handelschemiker im Institut für Zuckerindustrie zu Berlin am 14. Mai 1907.

gemacht, bis eine anhaltende deutliche Rotfärbung der Flüssigkeit eintritt. Da diese Rotfärbung nach ein bis zwei Tagen wieder verschwindet, soll man immer nur eine für einen solchen Zeitraum ausreichende Menge des Lösungswassers herstellen. Dasselbe muß jedoch immer mehrere Stunden vor dem Gebrauch bereitet worden sein.

3. Die Probesäure.

„Die Probesäure wird so eingestellt, daß 1 ccm derselben einer Kalkalkalität von 0,0001 entspricht. Man stellt die Lösung mit genügender Genauigkeit her, indem man 36 ccm $^1/_1$-Normalschwefelsäure mit Wasser bis zu einem Volumen von 10 Liter verdünnt.

4. Die Probelauge.

„Als Probelauge dient Natronlauge, welche derartig verdünnt ist, daß, wie bei der Schwefelsäure, 1 ccm einer Kalkalkalität von 0,0001 entspricht. Für den vorliegenden Zweck genügt es, die entsprechend verdünnte Natronlage gegen die, wie oben angegeben, bereitete Probesäure einzustellen.

Die Alkalitätsbestimmung.

„Für die Prüfung des Rohzuckers auf Alkalität wägt man sich einerseits 10 g Rohzucker ab, andererseits mißt man 100 ccm des schwach geröteten Lösungswassers, dessen Bereitung unter 2 beschrieben wurde, ab und neutralisiert dasselbe in einer weißen Porzellanschale zunächst möglichst genau bis zur Farblosigkeit mit der unter 3 beschriebenen Probesäure. Darauf setzt man so viel von der Probelauge hinzu, daß die Flüssigkeit wiederum schwach rötlich gefärbt erscheint.

Die Färbung soll jedoch nur so stark sein, daß sie unmittelbar vor dem Rohzuckerzusatz durch Zusatz eines Cubikcentimeters der Probesäure wieder zum Verschwinden gebracht werden kann.

Nunmehr werden ohne Verzug die bereits vorher abgewogenen 10 g Rohzucker in der Flüssigkeit aufgelöst. Bleibt die Indikator-Rotfärbung des Wassers beim Lösen des Zuckers bestehen oder wird sie stärker, so ist der Zucker alkalisch, verschwindet dieselbe, so ist er sauer.

In Zweifelsfällen überzeugt man sich durch Titrieren sowohl mit Probesäure als auch mit Probelauge, nach welcher Richtung der Farbenumschlag eintritt.

Bei dunklen Zuckern genügen in der Regel 100 ccm des Lösungswassers nicht, es muß vielmehr so viel Wasser verwendet werden, bis die Zuckerlösung hell genug erscheint, um die Titration ausführen zu können. Dies soll jedoch nur dann geschehen, wenn es sich als unmöglich erweist, mit 100 ccm auszukommen.

Schließlich sei ausdrücklich bemerkt, daß bei Anwendung dieser Methode die neutralen Zucker mit zu den alkalischen gerechnet werden."

Die quantitative Bestimmung der Alkalität in fertigen, festen Zuckern wird selten erforderlich, während sie bei den Zwischenprodukten der Fabrikation eine sehr wichtige Stelle einnimmt und fortdauernd ausgeübt wird. Die Beschreibung und Erläuterung des bei dieser Untersuchung einzuschlagenden Verfahrens findet sich aus diesem Grunde erst im nächstfolgenden Abschnitte („Dicksäfte, Füllmassen usw.") eingehend behandelt.

Soll die Alkalität quantitativ bestimmt werden, so würde genau nach S. 201 u. f. zu verfahren sein, und zwar in einer Lösung, welche genau 20 g, bei ganz schwachen Alkalitäten bis 50 g des zu prüfenden Zuckers enthält. Die Berechnung der gewonnenen Resultate und die Art der Angabe derselben ist den dort angeführten Beispielen genau entsprechend.

Berechnung des Rendements oder des Raffinationswertes.

Unter Rendement oder Raffinationswert versteht man die Zahl, welche angibt, wieviel an kristalliertem Zucker bei der Raffinationsarbeit aus einem Rohzucker zu gewinnen oder „auszubringen" ist.

Der im deutschen Handel zurzeit üblichen Rendementsberechnung[1]) liegt die Annahme zugrunde, daß bei der Raffinationsarbeit durch je 1 Gew.-Tl. der in den Rohzuckern enthaltenen löslichen Salze 5 Gew.-Tle. Rohrzucker am Kristallisieren verhindert und der Melasse zugeführt werden.

Man multipliziert deshalb den nach C (S. 142) mittels der Schwefelsäuremethode gefundenen Aschegehalt mit 5 und zieht die so erhaltene Zahl von dem durch die Polarisation festgestellten Zuckergehalt ab.

Mit Anwendung eines Melasseentzuckerungsverfahrens — Saccharatverfahren und Osmose — gewonnene Produkte erleiden einen besonderen Abzug von 1 Proz. Rendement, sofern sie bei der Anstellung nicht als solche bezeichnet sind[2]).

Zucker, welche 0,05 Proz. oder mehr Invertzucker besitzen, werden als normale Lieferungsware nicht angesehen und können vom Käufer zurückgewiesen werden. Im Falle der Annahme wird auch der Invert-

[1]) Bedingungen für den Handel mit Rohzucker. (Zeitschrift 1906, I, S. 104.)

[2]) Der Grund zu dieser Maßnahme liegt, wie leicht ersichtlich, in dem Umstande, daß sogen. „Melassezucker" mehr oder weniger Raffinose enthalten können, welch letztere wegen ihrer hohen Rechtsdrehung die übliche einfache Polarisation zu hoch ausfallen lassen würde. Ist ein solcher Handelszucker aber bereits bei seiner Anstellung als „Melassezucker" bezeichnet, so wird bei der Analyse nicht „Polarisation", sondern „Zuckergehalt nach Berechnung mittels der Raffinoseformel" verlangt und letztere Zahl bei der Rendementsberechnung herangezogen werden.

zuckergehalt aus dem gleichen Grunde wie oben der Aschegehalt mit 5 multipliziert und der erhaltene Betrag ebenfalls in Abzug gebracht. Ein Invertzuckergehalt unter 0,05 Proz. soll unberücksichtigt bleiben.

Saure Reaktion, nach der unter H (S. 159) gegebenen „Vorschrift“ mittels Phenolphtaleïn festgestellt, berechtigt zu einem weiteren Abzuge von 0,25 vom Rendement bei geringerem Invertzuckergehalt als 0,05 Proz., und zwar auch bei 0 Invertzucker.

Beispiel. Bei einem Zucker von 94,5 Proz. Polarisation, 1,12 Proz. Asche und 0,11 Proz. Invertzucker würde ein Rendement von 94,5 — (1,12 × 5) = 88,90 sich berechnen, welches aber des vorhandenen Invertzuckers wegen noch um 0,11 × 5 = 0,55 gekürzt wird und somit auf 88,35 sich erniedrigt.

Besäße der Zucker auch saure Reaktion (Indikator: Phenolphtaleïn), so würde der Käufer berechtigt sein, das Rendement von 88,35 noch um 0,25 zu kürzen, so daß schließlich 88,10 als endgültige Zahl für das Rendement übrig bliebe.

2. Dicksäfte, Füllmassen, Abläufe, Melassen.

A. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Ermittelung des spezifischen Gewichtes, bzw. der Dichte nach Brix (Balling) oder Baumé, geschieht bei Dicksäften und Abläufen am richtigsten mittels des Pyknometers. Auch das Aräometer ist noch anwendbar, dagegen muß vom Gebrauche der Mohr-Westphalschen Wage abgesehen werden.

Im ersteren Falle verfährt man genau, wie S. 73 u. f. angegeben, bringt die zu untersuchende Flüssigkeit auf Normaltemperatur (20° C) und benutzt als Pyknometer am einfachsten ein 50-ccm-Kölbchen mit so kurzem Halse, daß die Marke nur etwa 1 cm unter dem oberen Rande befindlich ist. Es wird dadurch das Füllen des Kolbens wesentlich erleichtert.

In dünnem Strahle gießt man die Flüssigkeit in das gewogene und völlig trockene Kölbchen ein, bis fast zur Marke, läßt das noch Fehlende vermittelst eines Glasstäbchens hinzutropfen und nimmt auch mit einem solchen durch vorsichtiges Eintauchen einen etwaigen kleinen Überschuß wieder heraus.

Das Gewicht des Inhaltes ergibt, verdoppelt und durch 100 dividiert, das spezifische Gewicht.

Zieht man den Gebrauch eines Aräometers vor, so ist nach S. 68 ff. zu verfahren.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Füllmassen ist in dieser Weise nicht ausführbar. Ist eine ganz genaue Ermittelung erforderlich, was selten der Fall sein dürfte, so wendet man die unten für Melasse angegebene „Pyknometermethode“ an; für ungefähre

Angaben wägt man zweckmäßig ein in der Fabrik mit Füllmasse beschicktes, größeres Gefäß (einen Eimer, einen Schüzenbachschen Kasten oder dergleichen) und vergleicht die gefundene Gewichtsgröße mit der einer gleichen Raummenge Wasser von derselben Temperatur.

Eine besondere Behandlung verlangen die Melassen. Dieselben sind sehr häufig voller Luftbläschen — schaumig —, es finden sich Holzstückchen und Verunreinigungen aller Art, welche im Verein mit der bisweilen sehr großen Zähflüssigkeit die genaue Bestimmung des spezifischen Gewichtes teils beeinflussen, teils äußerst erschweren.

Fig. 70.

Zur Beseitigung dieser Übelstände müssen die Melassen zuvor erwärmt werden, was in durchaus geeigneter Weise, wie nachstehend beschrieben, ausgeführt wird (Fig. 70).

Ein geräumiger Trichter (von etwa 10 bis 12 cm oberem Durchmesser, mit 9 cm langer, unten schräg abgeschliffener Trichterröhre von 6 mm lichter Weite) wird mittels eines starken Glasstabes, dessen unteres Ende in die Trichterröhre eingeschliffen ist, geschlossen, mit Melasse gefüllt und in nebenstehender Weise in ein zum Teil mit kochendem Wasser gefülltes Kupfergefäß eingehängt. Durch die heißen Wasserdämpfe wird die Melasse schnell erwärmt, sie wird dünnflüssig, die Luftbläschen steigen an die Oberfläche und bilden hier mit dem größten Teile der Verunreinigungen eine dichte Schaumdecke, welche gleichzeitig einen Wasserverlust verhindert, während Sand u. dgl. sich unten im Trichter ablagern.

Sobald die Schaumdecke sich ganz scharf von der darunter stehenden Melasse abgrenzt, während man das im Kupfergefäß befindliche Wasser fortwährend in lebhaftem Kochen hielt, ist die Melasse schaumfrei; man bringt den Trichter auf ein Filtriergestell und läßt, nachdem der heiße Inhalt auf 25 bis 30° sich abgekühlt hat, durch vorsichtiges Lüften des Glasstabes und nach Entfernung des zuerst ablaufenden, den Sand und dergleichen Verunreinigungen mit sich nehmenden Anteiles das dicht untergestellte, zuvor genau gewogene, trockene Maßkölbchen in ununterbrochenem Strahle sich füllen. Sobald die Melasse bis an die Marke herantritt, schließt man schnell

den Trichter mittels des Glasstabes und setzt das Kölbchen beiseite. Man hat sorgfältig zu beachten, daß der über der Marke liegende Teil des Kolbenhalses von Melasse rein bleibt; anderenfalls muß er demnächst durch Auswischen mit Filtrierpapier vollständig gereinigt werden.

Die durch das Erwärmen dünnflüssig gewordene Melasse bleibt eine Zeitlang stehen, um den beim Einlaufen etwa entstandenen Luftblasen Zeit zu lassen, sich auf der Oberfläche zu sammeln, wo sie allmählich, ohne weiteres Zutun, von selbst verschwinden; man bringt sodann den Inhalt des Kölbchens durch Einstellen in Wasser von 20° C auf diese Temperatur, trocknet das Kölbchen sorgfältigst außen ab und wägt.

Sollten sich, was bei vorsichtiger und richtiger Ausführung tatsächlich ganz vermieden werden kann, dennoch einige Luftblasen auf der Oberfläche der nun wieder zähe gewordenen Melasse vorfinden, so sind dieselben nach der Wägung durch Auftröpfeln von zwei oder drei Tropfen Wasser leicht zum Verschwinden zu bringen. Man fügt nun mittels der Heberspritzflasche Wasser von 20° C bis zur Marke hinzu und wägt abermals. Bei vorsichtigem Überschichten bleibt — und darauf ist zu halten — das Wasser ganz ungefärbt, so daß die Einstellung sehr scharf bewirkt werden kann.

Die letzte Wägung läßt ermitteln, wieviel Gramm Wasser hinzugefügt worden sind, welche natürlich ebensoviel Cubikcentimeter[1]) Raum erfüllen. Den übrigen Raum nimmt die eingefüllte Melasse ein, deren Gewicht ebenfalls bekannt ist, so daß eine einfache Rechnung das gesuchte spezifische Gewicht ergibt.

Beispiel.	Maßkölbchen mit Melasse	82,463 g,
	„ ohne „	16,197 g,
	mithin Melasse	66,266 g.

Nach dem Einstellen zur Marke mit destilliertem Wasser von 20° C wurde gefunden:

	Maßkölbchen mit Melasse und Wasser	85,613 g,
oben war	„ „ „ ohne „	82,463 g,
	mithin Wasserzusatz . .	3,150 g

oder Cubikcentimeter.

Das 50-ccm-Kölbchen enthielt demnach 50,0 — 3,150 ccm = 46,850 ccm Melasse, deren Gewicht, wie anfänglich ermittelt, = 66,266 g betrug. Mithin ist das spezifische Gewicht der Melasse:

$$\frac{66,266}{46,850} = 1,4144 \text{ bei } 20^\circ \text{C}$$ [2]).

[1]) Das Kölbchen faßt bis zur Marke 50 ccm Wasser von 4° C, gleichbedeutend mit 50 g Wasser von dieser Temperatur, aber ausgewogen mit Wasser von 20° C.

[2]) Nach Sidersky, Zeitschrift 1881, S. 192.

Ein anderes, für dickflüssige Melassen geeignetes Pyknometer zeigt Fig. 71. Es faßt, vollständig bis zum Rande mit Wasser von + 20° C gefüllt, 50 ccm und kann ohne Schwierigkeit durch Abschleifen des kurzen Halses genau auf diesen Inhalt gebracht werden. Außen auf den Hals ist ein kurzes Glasrohr aufgeschliffen, welches vor dem Einlaufen der Melasse aufgesetzt wird und das man bis zu seinem oberen Rande sich füllen läßt. Nach stattgehabter Abkühlung des Inhaltes auf 20° C, welche durch die beiderseits abgeplattete Form des Kölbchens beschleunigt wird, entfernt man die Glasröhre und streicht zugleich mit ihr die Melasse auf dem Kolbenhalse glatt ab.

Fig. 71.

Das Gewicht des so gefüllten Kölbchens läßt nach Abzug seines Gewichtes im leeren und trockenen Zustande ohne weiteres das Gewicht von 50 ccm Melasse finden, das verdoppelt deren Dichte bei 20° C angibt.

Zur Übertragung dieser Zahl in Grade Brix dient die Tabelle I, S. 87 u. f. Es entspricht danach das spezifische Gewicht 1,4144 einem Gehalt von 80,4° Brix (S. 91). Soll die Angabe in Graden Baumé erfolgen, so würde Tabelle II, S. 92, zu benutzen sein, nach welcher einem Gehalt von 80,4° Brix ein solcher von 42,5° Bé (alte Grade) entspricht. (Die tatsächliche Unrichtigkeit letzterer Zahl hat bereits auf S. 86 Erwähnung gefunden.)

Die vorbeschriebene Ermittelung des spezifischen Gewichtes von Melassen mittels Pyknometerwägung verlangt die Benutzung einer guten analytischen Wage und eine sorgfältige Arbeit. Unter dieser Voraussetzung ist sie als die richtigste und als die maßgebende Bestimmungsmethode zu bezeichnen [1]).

Liegt besonderer Anlaß vor, von dieser Methode abzusehen und die aräometrische Wägung mittels des Saccharometers vorzunehmen, so muß die Melasse, deren direkte Spindelung unter allen Umständen unzulässig ist, zuvor in angemessener Weise verdünnt werden.

Eine diesbezügliche Vorschrift geben die zu dem deutschen Zuckersteuergesetze vom 27. Mai 1896 vom Bundesrat des Deutschen Reiches erlassenen „Ausführungsbestimmungen", und zwar in der „An-

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 1. Aufl., S. 133: Bestimmung des spezifischen Gewichtes der Flüssigkeiten: „Die einzige Methode, welche die nötige Genauigkeit und Sicherheit liefert, ist diejenige der Wägung eines bestimmten Volums."

leitung für die Steuerstellen zur Feststellung des Quotienten der weniger als 2 vom Hundert Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufe"[1]).

Es heißt daselbst in Anlage A unter 2a:

„Ermittelung der Prozente Brix.

Man wägt in einem reinen Becherglase von etwa 1/2 Liter Raumgehalt zusammen mit einem hinlänglich langen Glasstabe 200 bis 300 g des Ablaufs auf 1 g genau ab. Nachdem man das Glas von der Wage heruntergenommen hat, fügt man etwa 150 ccm heißes destilliertes Wasser hinzu, rührt mit dem stets im Glase verbleibenden Stabe so lange vorsichtig (um das Glas nicht zu zerstoßen) um, bis der Ablauf im Wasser sich vollständig gelöst hat, stellt das Glas in kaltes Wasser und beläßt es daselbst, bis der Inhalt ungefähr die Zimmerwärme angenommen hat. Hierauf trocknet man das Glas sorgfältig ab, stellt es wieder auf die Wage, setzt auf die andere Schale zu den vorhandenen weitere Gewichtsstücke, welche dem Gewichte des Ablaufs entsprechen, und läßt in das Glas so lange destilliertes Wasser von Zimmerwärme, zuletzt vorsichtig und tropfenweise einlaufen, bis die Wage abermals einspielt.

Nachdem die zweite Wägung beendet ist, rührt man die Flüssigkeit mit dem inzwischen im Glase verbliebenen Glasstabe so lange gehörig um, bis sich auch nicht die geringste Schlierenbildung mehr zeigt. Der ursprüngliche Ablauf ist dann auf die Hälfte seines Gehaltes an Zucker verdünnt.

Zum Zwecke der Spindelung wird ein Teil der so vorbereiteten Flüssigkeit in einen Glaszylinder hineingegeben."

Es soll dann die Spindelung mittels eines Aräometers nach Brix in vorschriftsmäßiger Weise ausgeführt (S. 68 u. f.) und bei Abweichung von der Normaltemperatur (+ 20° C) eine Berichtigung der abgelesenen Grade auf Grund der Tabelle VIII (S. 168) vorgenommen werden.

Die „so ermittelten Grade sind schließlich mit 2 zu multiplizieren, weil die zur Spindelung verwendete Menge des Ablaufs mit der gleichen Menge Wasser verdünnt worden ist".

Beispiel. 215 g Sirup seien mit 215 g Wasser verdünnt worden. Die Ablesung an der Spindel betrage 35,4 bei einer Temperatur von 24° C. Aus der Tabelle S. 171 ergibt sich, daß dieser Angabe ein Gehalt von 35,7 Proz. oder Grade Brix bei 20° C entspricht. Der Sirup besaß demnach 2 × 35,7 = 71,4 Grade Brix bei + 20° C im unverdünnten Zustande.

Diese „Verdünnungsmethode" ist zum Gebrauch für Steuerbeamte, die mit der Ausführung chemischer Arbeiten nicht vertraut sind, ausgearbeitet und dafür auch völlig ausreichend. Wenn sie

[1]) Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896 (Reichs-Gesetzbl. S. 117) in der durch das Gesetz vom 6. Januar 1903 (Reichs-Gesetzbl. S. 1) abgeänderten Fassung. Ausführungsbestimmungen, Anlage A.

tatsächlich wegen der nur geringe Mittel und wenig Zeitaufwand erfordernden Ausführung auch vielfach an anderen als „Steuerstellen" angewendet wird, so ist nicht außer Beachtung zu lassen, daß die damit erhaltenen Ergebnisse denen der „Pyknometermethode" an Genauigkeit wesentlich nachstehen.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Während bei den festen Zuckern der verschiedenen Produkte mit seltenen Ausnahmen das Abwägen der zur Untersuchung gelangenden Mengen sich glatt und unschwer vollzieht, bieten die Säfte, Melassen und Füllmassen wegen ihrer dickflüssigen, oft äußerst zähen, fadenziehenden oder bröckligen und klebrigen Beschaffenheit gewisse Schwierigkeiten bei der Bearbeitung, welche sich erst durch Übung richtig überwinden lassen.

Durch Eintauchen von Filtrierpapier oder Glasstäbchen, häufig nur mit den Fingern allein, können der abzuwägenden Menge die letzten Anteile zugefügt oder wieder fortgenommen werden.

Zur Vermeidung lästiger Umrechnungen, welche leicht zu Irrtümern Veranlassung geben können, wägt man auch hier am besten stets die Normalgewichtsmengen — unter Umständen die Hälfte derselben — ab, so daß die Ablesung am Polarisationsapparat auch hier ohne weiteres den Prozentgehalt an Zucker angibt. — Selbstverständlich gelangt man auch zum Ziele, wenn man ein beliebiges Quantum genau abwägt und den Drehungsbetrag auf den Prozentgehalt umrechnet, doch kann diese letztere Methode im allgemeinen aus dem oben angeführten Grunde nicht empfohlen werden.

Auch bei der Untersuchung dieser Stoffe sind, wie beim Zucker, verschiedene Wege einzuschlagen, je nachdem dieselben nur Rohrzucker oder auch neben demselben noch andere, optisch wirksame Körper enthalten.

1. Bestimmung des Gehaltes an Rohrzucker bei Abwesenheit anderer optisch wirksamer Körper.

a) Dicksäfte, Füllmassen, helle Abläufe.

Zum Abwägen flüssiger Stoffe kann man natürlich das beiderseitig offene Tarierblech (S. 125) nicht gebrauchen, sondern man benutzt hier die in Fig. 72 (S. 176) abgebildete Schale von Neusilber, tariert sie[1]) und

[1]) Zu der Neusilberschale wird gewöhnlich ein besonderes Taragewicht mitgegeben, welches genau deren Schwere besitzt. Da sich indessen bei längerem Gebrauche der Schale ihr Gewicht durch das Abreiben und Reinigen allmählich etwas vermindert, so muß ab und zu ein dementsprechendes Berichtigen des Gewichtstückes stattfinden. Es befindet sich zu diesem Zwecke im Innern des Gewichtstückes unter dem abschraubbaren Griff ein kleines Stückchen Blei oder Stanniol, durch dessen Verkleinerung man den Gewichtsbetrag angemessen vermindern kann.

T a

zur Ermittelung der berichtigten Prozente Brix

Abgelesene Prozente	Wärme								
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Berichtigte Prozente Brix zu nebenstehenden								
20,0	19,5	19,5	19,6	19,6	19,7	19,7	19,8	19,8	19,9
2	19,7	19,7	19,8	19,8	19,9	19,9	20,0	20,0	20,1
4	19,9	19,9	20,0	20,0	20,1	20,1	20,2	20,2	20,3
6	20,1	20,1	20,2	20,2	20,3	20,3	20,4	20,4	20,5
8	20,3	20,3	20,4	20,4	20,5	20,5	20,6	20,6	20,7
21,0	20,5	20,5	20,6	20,6	20,7	20,7	20,8	20,8	20,9
2	20,7	20,7	20,8	20,8	20,9	20,9	21,0	21,0	21,1
4	20,9	20,9	21,0	21,0	21,1	21,1	21,2	21,2	21,3
6	21,1	21,1	21,2	21,2	21,3	21,3	21,4	21,4	21,5
8	21,3	21,3	21,4	21,4	21,5	21,5	21,6	21,6	21,7
22,0	21,5	21,5	21,6	21,6	21,7	21,7	21,8	21,8	21,9
2	21,7	21,7	21,8	21,8	21,9	21,9	22,0	22,0	22,1
4	21,9	21,9	22,0	22,0	22,1	22,1	22,2	22,2	22,3
6	22,1	22,1	22,2	22,2	22,3	22,3	22,4	22,4	22,5
8	22,3	22,3	22,4	22,4	22,5	22,5	22,6	22,6	22,7
23,0	22,5	22,5	22,6	22,6	22,7	22,7	22,8	22,8	22,9
2	22,7	22,7	22,8	22,8	22,9	22,9	23,0	23,0	23,1
4	22,9	22,9	23,0	23,0	23,1	23,1	23,2	23,2	23,3
6	23,1	23,1	23,2	23,2	23,3	23,3	23,4	23,4	23,5
8	23,3	23,3	23,4	23,4	23,5	23,5	23,6	23,6	23,7
24,0	23,5	23,5	23,6	23,6	23,7	23,7	23,8	23,8	23,9
2	23,6	23,7	23,7	23,8	23,8	23,9	24,0	24,0	24,1
4	23,8	23,9	23,9	24,0	24,0	24,1	24,2	24,2	24,3
6	24,0	24,1	24,1	24,2	24,2	24,3	24,4	24,4	24,5
8	24,2	24,3	24,3	24,4	24,4	24,5	24,6	24,6	24,7
25,0	24,4	24,5	24,5	24,6	24,6	24,7	24,8	24,8	24,9
2	24,6	24,7	24,7	24,8	24,8	24,9	25,0	25,0	25,1
4	24,8	24,9	24,9	25,0	25,0	25,1	25,2	25,2	25,3
6	25,0	25,1	25,1	25,2	25,2	25,3	25,4	25,4	25,5
8	25,2	25,3	25,3	25,4	25,4	25,5	25,6	25,6	25,7
26,0	25,4	25,5	25,5	25,6	25,6	25,7	25,8	25,8	25,9
2	25,6	25,7	25,7	25,8	25,8	25,9	26,0	26,0	26.1
4	25,8	25,9	25,9	26,0	26,0	26,1	26,2	26,2	26,3
6	26,0	26,1	26,1	26,2	26,2	26,3	26,4	26,4	26,5
8	26,2	26,3	26,3	26,4	26,4	26,5	26,6	26,6	26,7
27,0	26,4	26,5	26,5	26,6	26,6	26,7	26,8	26,8	26,9
2	26,6	26,7	26,7	26,8	26,8	26,9	27,0	27,0	27,1
4	26,8	26,9	26,9	27,0	27,0	27,1	27,2	27,2	27,3
6	27,0	27,1	27,1	27,2	27,2	27,3	27,4	27,4	27,5
8	27,2	27,3	27,3	27,4	27,4	27,5	27,6	27,6	27,7

belle VIII

aus den abgelesenen Prozenten und Wärmegraden.

grade

19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
19,9	20,0	20,1	20,1	20,2	20,3	20,3	20,4	20,5	20,5	20,6
20,1	20,2	20,3	20,3	20,4	20,5	20,5	20,6	20,7	20,7	20,8
20,3	20,4	20,5	20,5	20,6	20,7	20,7	20,8	20,9	20,9	21,0
20,5	20,6	20,7	20,7	20,8	20,9	20,9	21,0	21,1	21,1	21,2
20,7	20,8	20,9	20,9	21,0	21,1	21,1	21,2	21,3	21,3	21,4
20,9	21,0	21,1	21,1	21,2	21,3	21,3	21,4	21,5	21,5	21,6
21,1	21,2	21,3	21,3	21,4	21,5	21,5	21,6	21,7	21,7	21,8
21,3	21,4	21,5	21,5	21,6	21,7	21,7	21,8	21,9	21,9	22,0
21,5	21,6	21,7	21,7	21,8	21,9	21,9	22,0	22,1	22,1	22,2
21,7	21,8	21,9	21,9	22,0	22,1	22,1	22,2	22,3	22,3	22,4
21,9	22,0	22,1	22,1	22,2	22,3	22,3	22,4	22,5	22,5	22,6
22,1	22,2	22,3	22,3	22,4	22,5	22,5	22,6	22,7	22,7	22,8
22,3	22,4	22,5	22,5	22,6	22,7	22,7	22,8	22,9	22,9	23,0
22,5	22,6	22,7	22,7	22,8	22,9	22,9	23,0	23,1	23,1	23,2
22,7	22,8	22,9	22,9	23,0	23,1	23,1	23,2	23,3	23,3	23,4
22,9	23,0	23,1	23,1	23,2	23,3	23,3	23,4	23,5	23,6	23,6
23,1	23,2	23,3	23,3	23,4	23,5	23,5	23,6	23,7	23,8	23,8
23,3	23,4	23,5	23,5	23,6	23,7	23,7	23,8	23,9	24,0	24,0
23,5	23,6	23,7	23,7	23,8	23,9	23,9	24,0	24,1	24,2	24,2
23,7	23,8	23,9	23,9	24,0	24,1	24,1	24,2	24,3	24,4	24,4
23,9	24,0	24,1	24,1	24,2	24,3	24,3	24,4	24,5	24,6	24,6
24,1	24,2	24,3	24,3	24,4	24,5	24,5	24,6	24,7	24,8	24,8
24,3	24,4	24,5	24,5	24,6	24,7	24,7	24,8	24,9	25,0	25,0
24,5	24,6	24,7	24,7	24,8	24,9	24,9	25,0	25,1	25,2	25,2
24,7	24,8	24,9	24,9	25,0	25,1	25,1	25,2	25,3	25,4	25,4
24,9	25,0	25,1	25,1	25,2	25,3	25,3	25,4	25,5	25,6	25,6
25,1	25,2	25,3	25,3	25,4	25,5	25.5	25,6	25,7	25,8	25,8
25,3	25,4	25,5	25,5	25,6	25,7	25,7	25,8	25,9	26,0	26,0
25,5	25,6	25,7	25,7	25,8	25,9	25,9	26,0	26,1	26,2	26,2
25,7	25,8	25,9	25,9	26,0	26,1	26,1	26,2	26,3	26,4	26,4
25,9	26,0	26,1	26,1	26,2	26,3	26,3	26,4	26,5	26,6	26,6
26,1	26,2	26,3	26,3	26,4	26,5	26,5	26,6	26,7	26,8	26,8
26,3	26,4	26,5	26,5	26,6	26,7	26,7	26,8	26,9	27,0	27,0
26,5	26,6	26,7	26,7	26,8	26,9	26,9	27,0	27,1	27,2	27,2
26,7	26,8	26,9	26,9	27,0	27,1	27,1	27,2	27,3	27,4	27,4
26,9	27,0	27,1	27,1	27,2	27,3	27,3	27,4	27,5	27,6	27,6
27,1	27,2	27,3	27,3	27,4	27,5	27,5	27,6	27,7	27,8	27,8
27,3	27,4	27,5	27,5	27,6	27,7	27,7	27,8	27,9	28,0	28,0
27,5	27,6	27,7	27,7	27,8	27,9	27,9	28,0	28,1	28,2	28,2
27,7	27,8	27,9	27,9	28,0	28,1	28,1	28,2	28,3	28,4	28,4

T a

zur Ermittelung der berichtigten Prozente Brix

Abgelesene Prozente	Wärme								
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Berichtigte Prozente Brix zu nebenstehenden								
28,0	27,4	27,5	27,5	27,6	27,6	27,7	27,7	27,8	27,9
2	27,6	27,7	27,7	27,8	27,8	27,9	27,9	28,0	28,1
4	27,8	27,9	27,9	28,0	28,0	28,1	28,1	28,2	28,3
6	28,0	28,1	28,1	28,2	28,2	28,3	28,3	28,4	28,5
8	28,2	28,3	28,3	28,4	28,4	28,5	28,5	28,6	28,7
29,0	28,4	28,5	28,5	28,6	28,6	28,7	28,7	28,8	28,9
2	28,6	28,7	28,7	28,8	28,8	28,9	28,9	29,0	29,1
4	28,8	28,9	28,9	29,0	29,0	29,1	29,1	29,2	29,3
6	29,0	29,1	29,1	29,2	29,2	29,3	29,3	29,4	29,5
8	29,2	29,3	29,3	29,4	29,4	29,5	29,5	29,6	29,7
30,0	29,4	29,5	29,5	29,6	29,6	29,7	29,7	29,8	29,9
2	29,6	29,7	29,7	29,8	29,8	29,9	29,9	30,0	30,1
4	29,8	29,9	29,9	30,0	30,0	30,1	30,1	30,2	30,3
6	30,0	30,1	30,1	30,2	30,2	30,3	30,3	30,4	30,5
8	30,2	30,3	30,3	30,4	30,4	30,5	30,5	30,6	30,7
31,0	30,4	30,4	30,5	30,6	30,6	30,7	30,7	30,8	30,9
2	30,6	30,6	30,7	30,8	30,8	30,9	30,9	31,0	31,1
4	30,8	30,8	30,9	31,0	31,0	31,1	31,1	31,2	31,3
6	31,0	31,0	31,1	31,2	31,2	31,3	31,3	31,4	31,5
8	31,2	31,2	31,3	31,4	31,4	31,5	31,5	31,6	31,7
32,0	31,4	31,4	31,5	31,6	31,6	31,7	31,7	31,8	31,9
2	31,6	31,6	31,7	31,8	31,8	31,9	31,9	32,0	32,1
4	31,8	31,8	31,9	32,0	32,0	32,1	32,1	32,2	32,3
6	32,0	32,0	32,1	32,2	32,2	32,3	32,3	32,4	32,5
8	32,2	32,2	32,3	32,4	32,4	32,5	32,5	32,6	39,7
33,0	32,4	32,4	32,5	32,6	32,6	32,7	32,7	32,8	32,9
2	32,6	32,6	32,7	32,8	32,8	32,9	32,9	33,0	33,1
4	32,8	32,8	32,9	33,0	33,0	33,1	33,1	33,2	33,3
6	33,0	33,0	33,1	33,2	33,2	33,3	33,3	33,4	33,5
8	33,2	33,2	33,3	33,4	33,4	33,5	33,5	33,6	33,7
34,0	33,4	33,4	33,5	33,5	33,6	33,7	33,7	33,8	33,9
2	33,6	33,6	33,7	33,7	33,8	33,9	33,9	34,0	34,1
4	33,8	33,8	33,9	33,9	34,0	34,1	34,1	34,2	34,3
6	34,0	34,0	34,1	34,1	34,2	34,3	34,3	34,4	34,5
8	34,2	34,2	34,3	34,3	34,4	34,5	34,5	34,6	34,7
35,0	34,4	34,4	34,5	34,5	34,6	34,7	34,7	34,8	34,9
2	34,6	34,6	34,7	34,7	34,8	34,9	34,9	35,0	35,1
4	34,8	34,8	34,9	34,9	35,0	35,1	35,1	35,2	35,3
6	35,0	35,0	35,1	35,1	35,2	35,3	35,3	35,4	35,5
8	35,2	35,2	35,3	35,3	35,4	35,5	35,5	35,6	35,7

belle VIII

aus den abgelesenen Prozenten und Wärmegraden.

grade

19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
27,9	28,0	28,1	28,1	28,2	28,3	28,3	28,4	28,5	28,6	28,7
28,1	28,2	28,3	28,3	28,4	28,5	28,5	28,6	28,7	28,8	28,9
28,3	28,4	28,5	28,5	28,6	28,7	28,7	28,8	28,9	29,0	29,1
28,5	28,6	28,7	28,7	28,8	28,9	28,9	29,0	29,1	29,2	29,3
28,7	28,8	28,9	28,9	29,0	29,1	29,1	29,2	29,3	29,4	29,5
28,9	29,0	29,1	29,1	29,2	29,3	29,3	29,4	29,5	29,6	29,7
29,1	29,2	29,3	29,3	29,4	29,5	29,5	29,6	29,7	29,8	29,9
29,3	29,4	29,5	29,5	29,6	29,7	29,7	29,8	29,9	30,0	30,1
29,5	29,6	29,7	29,7	29,8	29,9	29,9	30,0	30,1	30,2	30,3
29,7	29,8	29,9	29,9	30,0	30,1	30,1	30,2	30,3	30,4	30,5
29,9	30,0	30,1	30,1	30,2	30,3	30,3	30,4	30,5	30,6	30,7
30,1	30,2	30,3	30,3	30,4	30,5	30,5	30,6	30,7	30,8	30,9
30,3	30,4	30,5	30,5	30,6	30,7	30,7	30,8	30,9	31,0	31,1
30,5	30,6	30,7	30,7	30,8	30,9	30,9	31,0	31,1	31,2	31,3
30,7	30,8	30,9	30,9	31,0	31,1	31,1	31,2	31,3	31,4	31,5
30,9	31,0	31,1	31,1	31,2	31,3	31,3	31,4	31,5	31,6	31,7
31,1	31,2	31,3	31,3	31,4	31,5	31,5	31,6	31,7	31,8	31,9
31,3	31,4	31,5	31,5	31,6	31,7	31,7	31,8	31,9	32,0	32,1
31,5	31,6	31,7	31,7	31,8	31,9	31,9	32,0	32,1	32,2	32,3
31,7	31,8	31,9	31,9	32,0	32,1	32,1	32,2	32,3	32,4	32,5
31,9	32,0	32,1	32,1	32,2	32,3	32,3	32,4	32,5	32,6	32,7
32,1	32,2	32,3	32,3	32,4	32,5	32,6	32,6	32,7	32,8	32,9
32,3	32,4	32,5	32,5	32,6	32,7	32,8	32,8	32,9	33,0	33,1
32,5	32,6	32,7	32,7	32,8	32,9	33,0	33,0	33,1	33,2	33,3
32,7	32,8	32,9	32,9	33,0	33,1	33,2	33,2	33,3	33,4	33,5
32,9	33,0	33,1	33,1	33,2	33,3	33,4	33,4	33,5	33,6	33,7
33,1	33,2	33,3	33,3	33,4	33,5	33,6	33,6	33,7	33,8	33,9
33,3	33,4	33,5	33,5	33,6	33,7	33,8	33,8	33,9	34,0	34,1
33,5	33,6	33,7	33,7	33,8	33,9	34,0	34,0	34,1	34,2	34,3
33,7	33,8	33,9	33,9	34,0	34,1	34,2	34,2	34,3	34,4	34,5
33,9	34,0	34,1	34,1	34,2	34,3	34,4	34,4	34,5	34,6	34,7
34,1	34,2	34,3	34,3	34,4	34,5	34,6	34,6	34,7	34,8	34,9
34,3	34,4	34,5	34,5	34,6	34,7	34,8	34,8	34,9	35,0	35,1
34,5	34,6	34,7	34,7	34,8	34,9	35,0	35,0	35,1	35,2	35,3
34,7	34,8	34,9	34,9	35,0	35,1	35,2	35,2	35,3	35,4	35,5
34,9	35,0	35,1	35,1	35,2	35,3	35,4	35,4	35,5	35,6	35,7
35,1	35,2	35,3	35,3	35,4	35,5	35,6	35,6	35,7	35,8	35,9
35,3	35,4	35,5	35,5	35,6	35,7	35,8	35,8	35,9	36,0	36,1
35,5	35,6	35,7	35,7	35,8	35,9	36,0	36,0	36,1	36,2	36,3
35,7	35,8	35,9	35,9	36,0	36,1	36,2	36,2	36,3	36,4	36,5

T a

zur Ermittelung der berichtigten Prozente Brix

Abgelesene Prozente	Wärme								
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Berichtigte Prozente Brix zu nebenstehenden								
36,0	35,4	35,4	35,5	35,5	35,6	35,7	35,7	35,8	35,9
2	35,6	35,6	35,7	35,7	35,8	35,9	35,9	36,0	36,1
4	35,8	35,8	35,9	35,9	36,0	36,1	36,1	36,2	36,3
6	36,0	36,0	36,1	36,1	36,2	36,3	36,3	36,4	36,5
8	36,2	36,2	36,3	36,3	36,4	36,5	36,5	36,6	36,7
37,0	36,4	36,4	36,5	36,5	36,6	36,7	36,7	36,8	36,9
2	36,5	36,6	36,7	36,7	36,8	36,9	36,9	37,0	37,1
4	36,7	36,8	36,9	36,9	37,0	37,1	37,1	37,2	37,3
6	36,9	37,0	37,1	37,1	37,2	37,3	37,3	37,4	37,5
8	37,1	37,2	37,3	37,3	37,4	37,5	37,5	37,6	37,7
38,0	37,3	37,4	37,5	37,5	37,6	37,7	37,7	37,8	37,9
2	37,5	37,6	37,7	37,7	37,8	37,9	37,9	38,0	38,1
4	37,7	37,8	37,9	37,9	38,0	38,1	38,1	38,2	38,3
6	37,9	38,0	38,1	38,1	38,2	38,3	38,3	38,4	38,5
8	38,1	38,2	38,3	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7
39,0	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9
2	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1
4	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3
6	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5
8	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7
40,0	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9
2	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1
4	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3
6	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5
8	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7
41,0	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9
2	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1
4	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1	41,1	41,2	41,3
6	40,9	41,0	41,0	41,1	41,2	41,3	41,3	41,4	41,5
8	41,1	41,2	41,2	41,3	41,4	41,5	41,5	41,6	41,7
42,0	41,3	41,4	41,4	41,5	41,6	41,7	41,7	41,8	41,9
2	41,5	41,6	41,6	41,7	41,8	41,9	41,9	42,0	42,1
4	41,7	41,8	41,8	41,9	42,0	42,1	42,1	42,2	42,3
6	41,9	42,0	42,0	42,1	42,2	42,3	42,3	42,4	42,5
8	42,1	42,2	42,2	42,3	42,4	42,5	42,5	42,6	42,7
43,0	42,3	42,4	42,4	42,5	42,6	42,7	42,7	42,8	42,9
2	42,5	42,6	42.6	42,7	42,8	42,9	42,9	43,0	43,1
4	42,7	42,8	42,8	42,9	43,0	43,1	43,1	43,2	43,3
6	42,9	43,0	43,0	43,1	43,2	43,3	43,3	43,4	43,5
8	43,1	43,2	43,2	43,3	43,4	43,5	43,5	43,6	43,7

belle VIII

aus den abgelesenen Prozenten und Wärmegraden.

grade

19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
35,9	36,0	36,1	36,1	36,2	36,3	36,4	36,4	36,5	36,6	36,7
36,1	36,2	36,3	36,3	36,4	36,5	36,6	36,6	36,7	36,8	36,9
36,3	36,4	36,5	36,5	36,6	36,7	36,8	36,8	36,9	37,0	37,1
36,5	36,6	36,7	36,7	36,8	36,9	37,0	37,0	37,1	37,2	37,3
36,7	36,8	36,9	36,9	37,0	37,1	37,2	37,2	37,3	37,4	37,5
36,9	37,0	37,1	37,1	37,2	37,3	37,4	37,4	37,5	37,6	37,7
37,1	37,2	37,3	37,3	37,4	37,5	37,6	37,6	37,7	37,8	37,9
37,3	37,4	37,5	37,5	37,6	37,7	37,8	37,8	37,9	38,0	38,1
37,5	37,6	37,7	37,7	37,8	37,9	38,0	38,0	38,1	38,2	38,3
37,7	37,8	37,9	37,9	38,0	38,1	38,2	38,2	38,3	38,4	38,5
37,9	38,0	38,1	38,1	38,2	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7
38,1	38,2	38,3	38,3	38,4	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9
38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1
38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3
38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5
38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7
39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9
39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1
39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3
39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5
39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7
40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9
40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1
40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	41,0	41,1	41,1	41,2	41,3
40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1	41,2	41,3	41,3	41,4	41,5
40,9	41,0	41,1	41,1	41,2	41,3	41,4	41,5	41,5	41,6	41,7
41,1	41,2	41,3	41,3	41,4	41,5	41,6	41,7	41,7	41,8	41,9
41,3	41,4	41,5	41,5	41,6	41,7	41,8	41,9	41,9	42,0	42,1
41,5	41,6	41,7	41,7	41,8	41,9	42,0	42,1	42,1	42,2	42,3
41,7	41,8	41,9	41,9	42,0	42,1	42,2	42,3	42,3	42,4	42,5
41,9	42,0	42,1	42,1	42,2	42,3	42,4	42,5	42,5	42,6	42,7
42,1	42,2	42,3	42,3	42,4	42,5	42,6	42,7	42,7	42,8	42,9
42,3	42,4	42,5	42,5	42,6	42,7	42,8	42,9	42,9	43,0	43,1
42,5	42,6	42,7	42,7	42,8	42,9	43,0	43,1	43,1	43,2	43,3
42,7	42,8	42,9	42,9	43,0	43,1	43,2	43,3	43,3	43,4	43,5
42,9	43,0	43,1	43,1	43,2	43,3	43,4	43,5	43,5	43,6	43,7
43,1	43,2	43,3	43,3	43,4	43,5	43,6	43,7	43,7	43,8	43,9
43,3	43,4	43,5	43,5	43,6	43,7	43,8	43,9	43,9	44,0	44,1
43,5	43,6	43,7	43,7	43,8	43,9	44,0	44,1	44,1	44,2	44,3
43,7	43,8	43,9	43,9	44,0	44,1	44,2	44,3	44,3	44,4	44,5

Ta

zur Ermittelung der berichtigten Prozente Brix

Abgelesene Prozente	Wärme								
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Berichtigte Prozente Brix zu nebenstehenden								
44,0	43,3	43,4	43,4	43,5	43,6	43,7	43,7	43,8	43,9
2	43,5	43,6	43,6	43,7	43,8	43,9	43,9	44,0	44,1
4	43,7	43,8	43,8	43,9	44,0	44,1	44,1	44,2	44,3
6	43,9	44,0	44,0	44,1	44,2	44,8	44,3	44,4	44,5
8	44,1	44,2	44,2	44,3	44,4	44,5	44,5	44,6	44,7
45,0	44,3	44,4	44,4	44,5	44,6	44,6	44,7	44,8	44,9
2	44,5	44,6	44,6	44,7	44,8	44,8	44,9	45,0	45,1
4	44,7	44 8	44,8	44,9	45,0	45,0	45,1	45,2	45,3
6	44,9	45,0	45,0	45,1	45,2	45,2	45,3	45,4	45,5
8	45,1	45,2	45,2	45,3	45,4	45,4	45,5	45,6	45,7
46,0	45,3	45,4	45,4	45,5	45,6	45,6	45,7	45,8	45,9
2	45,5	45,6	45,6	45,7	45,8	45,8	45,9	46,0	46,1
4	45,7	45,8	45,8	45,9	46,0	46,0	46,1	46,2	46,3
6	45,9	46,0	46,0	46,1	46,2	46,2	46,3	46,4	46,5
8	46,1	46,2	46,2	46,3	46,4	46,4	46,5	46,6	46,7
47,0	46,3	46,4	46,4	46,5	46,6	46,6	46,7	46,8	46,9
2	46,5	46,6	46,6	46,7	46,8	46,8	46,9	47,0	47,1
4	46,7	46,8	46,8	46,9	47,0	47,0	47,1	47,2	47,3
6	46,9	47,0	47,0	47,1	47,2	47,2	47,3	47,4	47,5
8	47,1	47,2	47,2	47,3	47,4	47,4	47,5	47,6	47,7
48,0	47,3	47,4	47,4	47,5	47,6	47,6	47,7	47,8	47,9
2	47,5	47,6	47,6	47,7	47,8	47,8	47,9	48,0	48,1
4	47,7	47,8	47,8	47,9	48,0	48,0	48,1	48,2	48,3
6	47,9	48,0	48,0	48,1	48,2	48,2	48,3	48,4	48,5
8	48,1	48,2	48,2	48,3	48,4	48,4	48,5	48,6	48,7
49,0	48,3	48,4	48,4	48,5	48,6	48,6	48,7	48,8	48,9
2	48,5	48,6	48,6	48,7	48,8	48,8	48,9	49,0	49,1
4	48,7	48,8	48,8	48,9	49,0	49,0	49,1	49,2	49,3
6	48,9	49,0	49,0	49,1	49,2	49,2	49,3	49,4	49,5
8	49,1	49,2	49,2	49,3	49,4	49,4	49,5	49,6	49,7
50,0	49,3	49,4	49,4	49,5	49,6	49,6	49,7	49,8	49,9

belle VIII

aus den abgelesenen Prozenten und Wärmegraden.

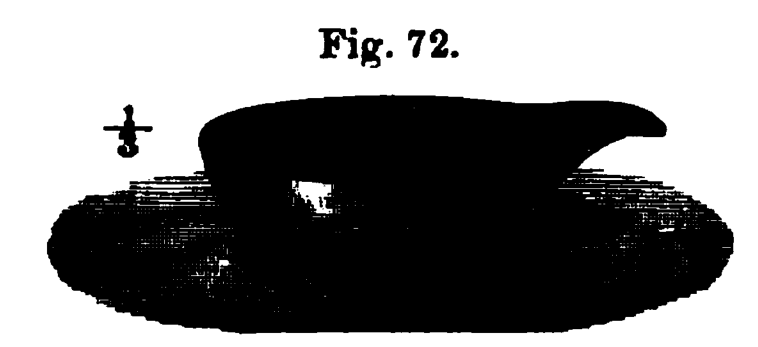
grade

19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
43,9	44,0	44,1	44,1	44,2	44,3	44,4	44,5	44,5	44,6	44,7
44,1	44,2	44,3	44,3	44,4	44,5	44,6	44,7	44,7	44,8	44,9
44,3	44,4	44,5	44,5	44,6	44,7	44,8	44,9	44,9	45,0	45,1
44,5	44,6	44,7	44,7	44,8	44,9	45,0	45,1	45,1	45,2	45,3
44,7	44,8	44,9	44,9	45,0	45,1	45,2	45,3	45,3	45,4	45,5
44,9	45,0	45,1	45,1	45,2	45,3	45,4	45,5	45,5	45,6	45,7
45,1	45,2	45,3	45,3	45,4	45,5	45,6	45,7	45,7	45,8	45,9
45,3	45,4	45,5	45,5	45,6	45,7	45,8	45,9	45,9	46,0	46,1
45,5	45,6	45,7	45,7	45,8	45,9	46,0	46,1	46,1	46,2	46,3
45,7	45,8	45,9	45,9	46,0	46,1	46,2	46,3	46,3	46,4	46,5
45,9	46,0	46,1	46,1	46,2	46,3	46,4	46,5	46,5	46,6	46,7
46,1	46,2	46,3	46,3	46,4	46,5	46,6	46,7	46,7	46,8	46,9
46,3	46,4	46,5	46,5	46,6	46,7	46,8	46,9	46,9	47,0	47,1
46,5	46,6	46,7	46,7	46,8	46,9	47,0	47,1	47,1	47,2	47,3
46,7	46,8	46,9	46,9	47,0	47,1	47,2	47,3	47,3	47,4	47,5
46,9	47,0	47,1	47,1	47,2	47,3	47,4	47,5	47,5	47,6	47,7
47,1	47,2	47,3	47,3	47,4	47,5	47,6	47,7	47,7	47,8	47,9
47,3	47,4	47,5	47,5	47,6	47,7	47,8	47,9	47,9	48,0	48,1
47,5	47,6	47,7	47,7	47,8	47,9	48,0	48,1	48,1	48,2	48,3
47,7	47,8	47,9	47,9	48,0	48,1	48,2	48,3	48,3	48,4	48,5
47,9	48,0	48,1	48,1	48,2	48,3	48,4	48,5	48,5	48,6	48,7
48,1	48,2	48,3	48,3	48,4	48,5	48,6	48,7	48,7	48,8	48,9
48,3	48,4	48,5	48,5	48,6	48,7	48,8	48,9	48,9	49,0	49,1
48,5	48,6	48,7	48,7	48,8	48,9	49,0	49,1	49,1	49,2	49,3
48,7	48,8	48,9	48,9	49,0	49,1	49,2	49,3	49,3	49,4	49,5
48,9	49,0	49,1	49,1	49,2	49,3	49,4	49,5	49,5	49,6	49,7
49,1	49,2	49,3	49,3	49,4	49,5	49,6	49,7	49,7	49,8	49,9
49,3	49,4	49,5	49,5	49,6	49,7	49,8	49,9	49,9	50,0	50,1
49,5	49,6	49,7	49,7	49,8	49,9	50,0	50,1	50,1	50,2	50,[illegible]
49,7	49,8	49,9	49,9	50,0	50,1	50,2	50,3	50,3	50,4	50,5
49,9	50,0	50,1	50,2	50,2	50,3	50,4	50,5	50,5	50,6	50,7

gießt oder bringt mit Hilfe eines Spatels oder Glasstabes die erforderliche Menge Substanz, also 26,0 g bei deutschen (16,29 g bei französischen) Apparaten, hinein, löst oder verdünnt, unter vorsichtigem Umrühren mittels eines kurzen Glasstäbchens, mit wenig Wasser und gießt den Inhalt der Schale ohne Verlust und unter sorgfältigem, wiederholtem Nachspülen in ein Maßkölbchen von 100 ccm Inhalt.

Durch weiteren Zusatz von Wasser und Umschwenken bewirkt man die völlige Lösung oder Verdünnung, nachdem man beim Zugeben des Wassers die dem Halse etwa anhängenden Teilchen vollständig hinabspülte. War mit heißem Wasser gelöst, was kaum erforderlich, so kühlt man durch Einstellen des Kölbchens in kaltes Wasser auf 20° C ab. Die Menge des nunmehr zuzufügenden Bleiessigs bemißt sich nach der Art der zur Untersuchung vorliegenden Substanz und der größeren oder geringeren Reinheit derselben. Ein großer Überschuß ist tunlichst zu vermeiden.

Fig. 72.



Nachdem der Bleiessig gewirkt, fügt man eine entsprechende Menge Tonerdehydrat hinzu, füllt bis zur Marke auf, schüttelt tüchtig durch, filtriert in der oben (S. 130) angegebenen Weise und stellt den Drehungsbetrag des klaren Filtrates fest.

Beispiel.		
	Neusilberschale mit Füllmasse . . .	59,347 g,
	Neusilberschale	33,347 g,
	Füllmasse	26,000 g,

welche zu 100 ccm Flüssigkeit gelöst wurden.

Das Filtrat polarisiere 81,2°, woraus sich mithin ohne weiteres der Zuckergehalt = 81,2 Proz. ergibt.

(Hätte man von der Füllmasse nicht den Normalgewichtsbetrag, sondern — vielleicht aus Mangel an Substanz — eine beliebige kleinere Menge abgewogen, so würde nachstehende Rechnung notwendig sein.

Beispiel. Abgewogen 12,130 g Füllmasse, gelöst zu 100 ccm Flüssigkeit, polarisieren 37,9°, woraus sich: $37,9 \times 0,260 = 9,854$ g Zucker berechnen.

$$12,130 : 9,854 = 100 : x,$$

$$x = 81,2 \text{ Proz.},$$

mithin derselbe Gehalt, wie oben ohne weitere Rechnung gefunden.)

b) Melassen.

Bei der Zuckerbestimmung in Melassen schlägt man zweckmäßig ein etwas anderes Verfahren ein.

Die Melassen sind häufig so dunkel, daß eine stärkere Verdünnung als gewöhnlich notwendig ist, um die Polarisation mit Sicherheit be-

stimmen zu können[1]). Man wägt deshalb das Normalgewicht (26,00 g) in der Neusilberschale ab, übergießt mit wenig Wasser, mischt mittels eines kurzen Glasstabes und bringt unter mehrfachem Nachspülen die gesamte Lösung verlustlos in einen Maßkolben von 200 ccm Inhalt. Man verwendet am geeignetsten Kolben mit einer Halserweiterung (Fig. 73); die Form derselben erleichtert nicht nur das Einfüllen, sondern ist besonders nützlich beim Mischen und Durchschütteln der Flüssigkeit, welche stark schäumt und deshalb einen ansehnlichen Schüttelraum beansprucht.

Fig. 73.

Man verdünnt stark — auf etwa $^4/_5$ des Inhalts —, klärt dann erst mit Bleiessig und Tonerdehydrat, füllt bis zur Marke, mischt und filtriert. Der Zusatz von Bleiessig erfordert einige Aufmerksamkeit; die Ausfällung muß vollständig geschehen, andererseits ein erheblicher Überschuß vermieden werden. Die Nichtbeachtung dieses Umstandes erschwert häufig die demnächstige Beobachtung im Apparat. Man kann leicht wahrnehmen, wenn man, ohne die Lösung zu bewegen, einige Tropfen Bleiessig am Glase in die Flüssigkeit hinabrinnen läßt, ob derselbe noch eine Fällung hervorruft und somit ein weiterer Zusatz geboten ist.

Ist völlig ausgefällt, so sammelt sich der Bleiessig klar am Boden.

Unter Bezugnahme auf die Anmerkung auf S. 128 wird nochmals hervorgehoben, daß bei Anwesenheit von Invertzucker nach stattgehabter Neutralisation der Lösung durch Essigsäure, falls alkalische Reaktion vorhanden war, zur Klärung neutrales Bleiacetat anzuwenden ist. Das Filtrat läßt sich mittels des Halbschattenapparates ohne weitere Entfärbung polarisieren.

Der Polarisationsbefund fällt natürlich, der Verdünnung halber, um die Hälfte niedriger aus, als wenn die angewandte Normalgewichtsmenge zu 100 ccm verdünnt worden wäre, und ist deshalb bei der Berechnung auf Prozente zu verdoppeln. (Eine etwaige Berichtigung für das Volumen des Bleiessigniederschlages ist nicht handelsüblich.)

Es ist immer ratsam, wegen der häufig nicht ganz gleichmäßigen Beschaffenheit der Melasseproben, zwei gleichartige Bestimmungen neben-

[1]) Finden sich in den zur Untersuchung vorliegenden Melasseproben Verunreinigungen grober Art (Holz- und Zeugstücke von den Spunden der Fässer u. dgl.), welche die Menge der abgewogenen Substanz beeinträchtigen würden, so gießt man die Melasse zuvor durch ein trichterförmig zusammengebogenes engmaschiges Messingdrahtnetz (Maschenweite etwa 2 mm), welches in einen entsprechend großen Glastrichter eingelegt wird.

einander auszuführen. Die Summe beider Ablesungen gibt dann den Prozentgehalt der Melasse an Rohrzucker.

Hätte man z. B. einmal 23,8°, das andere Mal 23,7° abgelesen, so gibt man 47,5 Proz. als Ergebnis der Untersuchung ab.

Selbstverständlich kann man auch den Betrag des halben Normalgewichts (13,0 g) zu 100 ccm Flüssigkeit lösen.

2. Bestimmung des Rohrzuckergehaltes bei Anwesenheit von Raffinose.

Die Untersuchung wird genau in der S. 132 beschriebenen Weise und unter Einhaltung der dort gegebenen Mengenverhältnisse nach der optischen Inversionsmethode ausgeführt. Da ein Zusatz von Bleiessig zur Klärung der invertierten, hier häufig sehr unreinen und dunklen Flüssigkeiten nicht zulässig ist, so kann dieselbe lediglich durch Knochenkohle bewirkt werden, welche, unter der Bezeichnung „Reinigungskohle", zu solchem Zwecke besonders hergestellt, durch Ausziehen mit Säure und Auswaschen von löslichen Salzen befreit ist[1]).

Man gibt die benötigte und gewogene Menge Reinigungskohle, welche man in bedecktem Tiegel ausgeglüht hat und nach dem Erkalten völlig trocken in sehr gut schließenden Gläsern aufbewahrt, nach dem Auffüllen zur Marke direkt in den Maßkolben, schüttelt wiederholt kräftig durch und läßt sie je nach der erforderlichen Entfärbung bis zur Filtration 15 bis 20 Minuten einwirken. Man verwendet so wenig Kohle wie möglich, und wird selten mehr als 1 bis 2 g derselben nötig haben, um die gewünschte Entfärbung zu erzielen; dann kann man erfahrungsgemäß die stattgehabte Absorption von Zucker vernachlässigen, da sie zu klein ist, um zahlenmäßigen Ausdruck zu finden. Gebraucht man indessen mehr, bis 5 g Kohle und darüber, so ist vorher die Absorption festzustellen, welche eine gleiche Menge Reinigungskohle auf eine gleich große Menge einer hellfarbigen und invertierten Melasselösung ausübt, und mittels des so gefundenen Wertes die demnächst ermittelte Linksdrehung zu berichtigen.

Man wird bei solchen Gelegenheiten fast immer finden, daß die Linksdrehung größer wird, je mehr Kohle man anwendet, so daß anzunehmen ist, daß gewisse, bei der Inversion entstehende rechtsdrehende Stoffe, z. B. Galaktose, in weit stärkerem Maße von der Kohle absorbiert

[1]) Bei Anwendung gewöhnlicher Knochenkohle, welche 80 bis 90 Proz. in Salzsäure löslicher Mineralsalze enthält, würde der Säuregehalt der invertierten Flüssigkeit zum großen Teil gebunden und die Flüssigkeit dadurch in ihren Eigenschaften verändert werden.

Die Bereitung der „Reinigungskohle" findet sich Anhang II.

Die mehrfach erwähnten „Beschlüsse" der österr.-ungar. Chemiker schreiben bei der Zuckerbestimmung nach Clerget vor: „Die Klärung ist mit basisch salpetersaurem Blei und Natronlauge auszuführen (1 kg Bleinitrat zu 2 Liter Wasser, 100 g festes Ätznatron zu 2 Liter Wasser)", je 15 ccm der beiden Flüssigkeiten auf das Normalgewicht.

werden als die linksdrehende Lävulose und Invertzucker. Es muß hierdurch natürlich die Linksdrehung wachsen und dementsprechend zur Richtigstellung der Resultate um einen gewissen Betrag vermindert werden [1]).

Beispiel. Eine Restmelasse war so dunkel, daß ihre Auflösung nach der Inversion nur nach stattgehabter Entfärbung mit 8 g Kohle zu polarisieren war. Zur Berichtigung der Ablesung ist die Größe der Absorption von 8 g Kohle zunächst an einer helleren Melasse von tunlichst ähnlicher Herkunft festzustellen. Man löst zweimal je 13,0 g der letzteren, invertiert nach Vorschrift, füllt zu je 100 ccm Flüssigkeit auf, fügt zu der einen Probe 1,5 g, zu der anderen 8 g Kohle, filtriert nach 15 Minuten und polarisiert beide Flüssigkeiten. Die erstere polarisiert — 7,3°, die zweite — 7,9°. Der Unterschied beträgt 0,6°, und dieser Betrag ist somit auch von der Linksdrehung der mit 8 g Kohle entfärbten Restmelasse als „absorbiert" in Abzug zu bringen.

Die Inversionspolarisation ist immer im Glasrohr mit Wasserumspülung (S. 65) und bei der Temperatur von 20° vorzunehmen; zur Berechnung des Zuckergehaltes Z bei Gegenwart von Raffinose dient die Formel:

$$Z = \frac{(0{,}5124\,P) - J}{0{,}8390}\ {}^{2)}.$$

3. Bestimmung des Rohrzuckergehaltes bei Anwesenheit von Stärkezucker oder Invertzucker, Bestimmung nach Clerget.

Die Untersuchung folgt genau den Vorschriften unter 2 unter Benutzung der Formel:

$$Z = \frac{100 \times S}{132{,}66}\ {}^{2)} \text{ oder } Z = 0{,}7538 \times S.$$

4. Bestimmung des Rohrzuckergehaltes bei Gegenwart von Raffinose neben größeren Mengen von Invertzucker [3]).

Die Inversionsmethode zur Bestimmung des Rohrzuckers auf optischem Wege ist für sich allein nicht anwendbar, wenn neben dem Rohrzucker mehr als ein optisch wirksamer Stoff gegenwärtig ist. Sie versagt also bei Untersuchungen zuckerhaltiger Stoffe, welche neben dem Rohrzucker noch Raffinose und größere Mengen Invertzucker enthalten.

Das Drehungsvermögen des Invertzuckers wird bekanntlich durch Erhitzung, durch Einwirkung von Bleiessig und durch andere Verhältnisse stark beeinflußt, so daß unter Umständen seine Linksdrehung sogar in Rechtsdrehung übergehen kann, aber ein derartig mehr oder

[1]) Man vgl. auch Zeitschrift 1902, S. 114.

[2]) P = Polarisation vor, J = verdoppelte Polarisation nach der Inversion, S = gesamte Drehungsverminderung. Man beachte bei der Raffinoseformel wegen des Vorzeichens von J die Anmerkung [2]) auf S. 109.

[3]) Baumann, Zeitschrift 1898, S. 779.

weniger optisch veränderter Invertzucker erhält die normale Linksdrehung sofort wieder, wenn seine wässerige Lösung mit Salzsäure erhitzt wird.

Bestimmt man daher in einer Zuckerlösung, welche Rohrzucker, Raffinose und Invertzucker enthält, zunächst den letzteren für sich, invertiert einen Teil der Lösung und ermittelt die Drehung dieser Flüssigkeit und ihren Gesamtzuckergehalt, so läßt sich aus den erhaltenen Zahlenwerten mit Hilfe von Formeln, welche sich teils auf das Reduktionsvermögen der einzelnen Zuckerarten, teils auf die bekannten, durch die Inversion bewirkten Drehungsänderungen von Rohrzucker und Raffinose stützen, der prozentische Gehalt jener drei Stoffe feststellen.

Das Reduktionsvermögen sowohl des Invertzuckers wie der invertierten Raffinose gegenüber der Fehlingschen Kupferlösung ist, wie schon mehrfach erwähnt, nicht konstant, sondern nimmt mit wachsendem Überschuß an Kupferlösung stetig zu; es lassen die diesbezüglichen, von Herzfeld und Preuß aufgestellten, auf S. 181 und 182 wiedergegebenen Tabellen IX und X[1]), die den jeweilig gefundenen Kupfermengen entsprechenden Beträge von Invertzucker (auf Rohrzucker zurückgerechnet) und von Raffinose ohne weitere Rechnung finden.

Die beim Kochen eines Gemisches von Invertzucker und invertierter Raffinose mit Fehlingscher Lösung sich ausscheidenden Mengen von Kupferoxydul lassen die Annahme zu, daß in solchen Fällen jede einzelne Zuckerart dasjenige Reduktionsvermögen besitzt und zur Geltung bringt, welches ihr zukommen würde, wenn die Gesamtmenge des ausgeschiedenen Kupferoxyduls von ihr allein herrührte, und es kann dieses Reduktionsvermögen durch die Zahl ausgedrückt werden, welche sich ergibt, wenn man den Gewichtsbetrag der erhaltenen Kupfermenge durch den Betrag der aus der betreffenden Tabelle ersichtlichen, dazugehörigen Menge Zucker dividiert. Sind z. B. beim Kochen einer invertierten Lösung von Rohrzucker, Invertzucker und Raffinose (die beiden ersteren gemeinschaftlich als Gesamtzucker berechnet) 171 mg Kupfer (0,171 g) erhalten worden, so findet man in Tabelle IX diesem Betrage entsprechend **86,3 mg** Rohrzucker und auf Tabelle X, als die dem Betrage von 171 mg nächstgrößte Zahl 169,8 mg Kupfer und ihr entsprechend **120 mg** Raffinose[2]), woraus sich nach obiger Angabe für den vorliegenden Fall ein Reduktionsvermögen oder ein Reduktionsfaktor berechnet:

für invertierten Rohrzucker von $\frac{171}{86,3} = 1,982$,

für invertierte Raffinose von $\frac{169,8}{120} = 1,415$.

[1]) Zeitschrift 1888, S. 741.

[2]) Der kleine Unterschied zwischen der gefundenen und der aus der Tabelle entnommenen Zahl ändert an dem Schlußergebnis nichts.

Tabelle IX

zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 3 Minuten Kochdauer.

Kupfer mg	Rohrzucker mg	Kupfer mg	Rohrzucker mg	Kupfer mg	Rohrzucker mg	Kupfer mg	Rohrzucker mg	Kupfer mg	Rohrzucker mg
79	40,0	116	58,3	153	77,0	189	95,7	225	114,8
80	40,5	117	58,8	154	77,5	190	96,2	226	115,4
81	41,0	118	59,3	155	78,0	191	96,7	227	115,9
82	41,5	119	59,8	156	78,5	192	97,2	228	116,4
83	42,0	120	60,2	157	79,0	193	97,7	229	117,0
84	42,5	121	60,7	158	79,6	194	98,3	230	117,5
85	42,9	122	61,2	159	80,1	195	98,8	231	118,1
86	43,4	123	61,7	160	80,6	196	99,3	232	118,6
87	43,9	124	62,2	161	81,1	197	99,8	233	119,2
88	44,4	125	62,8	162	81,6	198	100,4	234	119,7
89	44,9	126	63,3	163	82,1	199	100,9	235	120,3
90	45,4	127	63,8	164	82,6	200	101,4	236	120,8
91	45,9	128	64,3	165	83,2	201	101,9	237	121,3
92	46,4	129	64,8	166	83,7	202	102,5	238	121,8
93	46,8	130	65,3	167	84,2	203	103,1	239	122,4
94	47,3	131	65,8	168	84,7	204	103,6	240	122,9
95	47,8	132	66,3	169	85,2	205	104,1	241	123,5
96	48,3	133	66,8	170	85,7	206	104,6	242	124,0
97	48,8	134	67,3	171	86,3	207	105,2	243	124,6
98	49,3	135	67,8	172	86,8	208	105,7	244	125,1
99	49,8	136	68,3	173	87,3	209	106,2	245	125,7
100	50,3	137	68,8	174	87,8	210	106,7	246	126,2
101	50,8	138	69,4	175	88,3	211	107,3	247	126,8
102	51,3	139	69,9	176	88,9	212	107,8	248	127,3
103	51,8	140	70,4	177	89,4	213	108,4	249	127,9
104	52,3	141	70,9	178	89,9	214	108,9	250	128,4
105	52,8	142	71,4	179	90,4	215	109,4	251	128,9
106	53,3	143	71,9	180	91,0	216	109,9	252	129,4
107	53,8	144	72,4	181	91,5	217	110,5	253	130,0
108	54,3	145	72,9	182	92,0	218	111,1	254	130,6
109	54,8	146	73,4	183	92,5	219	111,6	255	131,1
110	55,3	147	73,9	184	93,1	220	112,2	256	131,7
111	55,8	148	74,5	185	93,6	221	112,7	257	132,2
112	56,3	149	75,0	186	94,1	222	113,2	258	132,8
113	56,8	150	75,5	187	94,6	223	113,7	259	133,3
114	57,3	151	76,0	188	95,1	224	114,3	260	133,9
115	57,8	152	76,5						

Tabelle X
zur Berechnung der vorhandenen wasserfreien Raffinose aus der gefundenen Kupfermenge bei 3 Minuten Kochdauer.

Kupfer mg	Raffinose mg	Kupfer mg	Raffinose mg	Kupfer mg	Raffinose mg	Kupfer mg	Raffinose mg	Kupfer mg	Raffinose mg
19,2	10	87,5	60	156,1	110	224,9	160	294,0	210
32,8	20	101,2	70	169,8	120	238,7	170	307,9	220
46,4	30	114,9	80	183,6	130	252,3	180	321,7	230
60,1	40	128,6	90	197,3	140	266,1	190	335,6	240
73,8	50	141,3	100	211,1	150	280,2	200	349,4	250

Zur Ausführung der Untersuchung ist erforderlich die Bestimmung des vorhandenen Invertzuckers in der ursprünglichen Lösung, die Polarisation der invertierten Lösung und die Bestimmung des Gesamtzuckers in letzterer.

Bezeichnet man mit Z den Gehalt an Gesamtzucker (d. h. an invertiertem Rohrzucker und ursprünglich vorhandenem Invertzucker, gemeinschaftlich auf Rohrzucker berechnet), mit R den Gehalt an wasserfreier Raffinose, mit Cu die bei Bestimmung des Gesamtzuckers erhaltene Kupfermenge, mit J die Polarisation nach der Inversion, auf das ganze Normalgewicht bezogen, mit F^{I} den jeweiligen Reduktionsfaktor für Rohrzucker und mit F^{II} den für Raffinose, so wird der Prozentgehalt an Z und R in der untersuchten Lösung durch nachstehende Formeln[1]) gefunden:

$$Z = \frac{584{,}06 \times Cu - (J \times F^{II})}{0{,}9491 \times F^{I} + (0{,}3266 \times F^{II})}$$

$$R = 1{,}053 \times J + 0{,}344 \times Z.$$

[1]) Ableitung der Formeln: Bei einem Gehalt von x Proz. Rohrzucker erhält man eine Inversionspolarisation von $-0{,}3266 \times x$, bei einem Gehalt an y Proz. Raffinose eine solche von $0{,}9491 \times y$, und bei gleichzeitiger Anwesenheit beider besteht dann die Gleichung:

1. $-0{,}3266 \times x + 0{,}9491 \times y = J$ (Polarisation nach Inversion).

Bei Anwendung von 0,1625 g Substanz zur Gesamtzuckerbestimmung erhält man bei 100 Proz. Rohrzucker $0{,}1625 \times F^{I}$ g Cu, wobei F^{I} der Reduktionsfaktor des invertierten Rohrzuckers, — mithin bei x Proz. Rohrzucker $\frac{0{,}1625\, F^{I}}{100} \times x$ g Cu; ebenso bei y Proz. wasserfreier Raffinose $\frac{0{,}1625\, F^{II}}{100} \times y$ g Cu, wobei F^{II} der Reduktionsfaktor der invertierten Raffinose.

Sind nun x Proz. Rohrzucker + Invertzucker (letzterer als Rohrzucker gerechnet) und y Proz. Raffinose vorhanden, so ergibt sich:

2. $\frac{0{,}1625\, F^{I}}{100} \times x + \frac{0{,}1625\, F^{II}}{100} \times y = Cu$ (gewogene Menge).

Beispiel. 13,0 g Melasse aus einer Melasseentzuckerungsanstalt sind nach S. 105 invertiert, die auf 100 ccm aufgefüllte Lösung polarisierte (im Wassermantelrohr bei 20° C) und auf das ganze Normalgewicht bezogen $-8,5^0$ (J); 50 ccm der Lösung dienten zur Bestimmung des Gesamtzuckergehalts nach S. 111 und ließen von 0,1625 g Substanz 0,184 g Kupfer finden (Cu). Die gewichtsanalytische Invertzuckerbestimmung nach D S. 145 in 2,0 g der ursprünglichen Substanz lieferte 0,250 g Kupfer. Der Reduktionsfaktor F^I berechnet sich nach Tabelle IX zu $\frac{184}{93,1} = 1,977$, der Reduktionsfaktor F^{II} nach Tabelle X $= \frac{183,6}{130} = 1,412$, beide Werte sind mit den übrigen Zahlen in obige Formel einzustellen. Es ergibt sich mithin:

$$Z = \frac{584,06 \times 0,184 - (-8,5 \times 1,412)}{0,9491 \times 1,977 + 0,3266 \times 1,412} = \frac{119,268}{2,337} = 51,02 \text{ Proz.}$$

Gesamtzucker (als Rohrzucker berechnet), und

$$R = (1,053 \times -8,5) + (0,344 \times 51,02) = -8,95 + 17,54 = 8,59 \text{Proz.}$$

Raffinoseanhydrid.

Der ursprüngliche Invertzuckergehalt der Melasse berechnet sich aus der gefundenen Kupfermenge von 0,250 g Cu nach der auf S. 151 gegebenen Formel (in welche für Pol die oben für Gesamtzucker gefundene Zahl = 51,02 einzustellen ist) und der dazugehörigen Tabelle VI auf 6,58 Proz., welcher Betrag natürlich in dem für Gesamtzucker gefundenen Betrage inbegriffen, durch Multiplikation mit 0,95 auf Rohrzucker umzurechnen[1]) und von dem Gesamtzucker in Abzug zu bringen ist:

$$6,58 \times 0,95 = 6,25$$
$$51,02 - 6,25 = 44,77.$$

Die Melasse enthielt demnach:

44,77 Proz. Rohrzucker,
8,59 „ Raffinoseanhydrid[2]),
6,25 „ Invertzucker.

Da die Werte jener Faktoren F^I und F^{II} nur sehr allmählich abnehmen, so läßt sich die etwas umständliche Rechnung abkürzen, wenn

Aus Gleichung 1 und 2 berechnet sich:

$$x = \frac{\frac{94,91}{0,1625} \times Cu - J \times F^{II}}{0,9491 \times F^I + 0,3266 \times F^{II}},$$

und

$$y = \frac{J + 0,3266 \times x}{0,9491},$$

woraus sich die beiden Formeln für Z und R auf S. 182 ergeben.

[1]) Vgl. S. 120.

[2]) Oder $8,59 \times 1,178 = 10,11$ Proz. Raffinosehydrat.

man für die hauptsächlich in Betracht kommenden Kupfermengen von (abgerundet) 120 bis 230 mg die nachstehenden vereinfachten Formeln benutzt:

Für $Cu = 120$ mg	ist	Z	$247{,}0 \times Cu - 0{,}608 \times J$[1])
„ $Cu = 130$ „	„	Z	$247{,}4 \times Cu - 0{,}607 \times J$
„ $Cu = 140$ „	„	Z	$247{,}7 \times Cu - 0{,}606 \times J$
„ $Cu = 150$ „	„	Z	$248{,}1 \times Cu - 0{,}605 \times J$
„ $Cu = 160$ „	„	Z	$248{,}4 \times Cu - 0{,}604 \times J$
„ $Cu = 170$ „	„	Z	$248{,}7 \times Cu - 0{,}604 \times J$
„ $Cu = 180$ „	„	Z	$249{,}2 \times Cu - 0{,}604 \times J$
„ $Cu = 190$ „	„	Z	$249{,}7 \times Cu - 0{,}604 \times J$
„ $Cu = 200$ „	„	Z	$250{,}0 \times Cu - 0{,}604 \times J$
„ $Cu = 210$ „	„	Z	$250{,}4 \times Cu - 0{,}605 \times J$
„ $Cu = 220$ „	„	Z	$251{,}2 \times Cu - 0{,}606 \times J$
„ $Cu = 230$ „	„	Z	$251{,}7 \times Cu - 0{,}607 \times J$

Stellt man die betreffenden Zahlenwerte in die vorstehenden vereinfachten Formeln ein, so erhält man:

$Z = 249{,}2 \times 0{,}184 - 0{,}604 \times (-8{,}5) =$ **50,98** Proz. Gesamtzucker (als Rohrzucker),

$R = 1{,}053 \times (-8{,}5) + 0{,}344 \times 50{,}98 =$ **8,58** Proz. Raffinose.

was mit den oben gefundenen Werten übereinstimmt.

Im übrigen ist zu berücksichtigen, daß diese Methode um so unsicherer wird, je unreiner die zu untersuchende Substanz ist.

C. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Bei Substanzen, welche, wie die vorliegenden, eine zähe und strengflüssige Beschaffenheit besitzen, vermag man durch einfaches Erwärmen ein völliges Austrocknen nicht zu bewirken. Man muß darauf bedacht sein, der auszutrocknenden Masse eine möglichst große Oberfläche zu geben, eine gewissermaßen poröse Beschaffenheit, um zu vermeiden, daß unter einer hart und undurchlässig gewordenen Kruste die Substanz im Inneren Feuchtigkeit zurückhält.

Man erreicht dies durch einen angemessenen Zusatz von reinem, ausgeglühtem, scharfem und grobkörnigem Quarzsande.

In ein trockenes, flaches Porzellanschälchen (bei mehreren gleichzeitigen Bestimmungen jedes Schälchen mit eingebrannter, laufender Nummer versehen), bringt man etwa 50,0 g gewaschenen, staubfreien Quarzsand, welcher durch Erhitzen in einer eisernen Schale von aller Feuchtigkeit befreit worden. Man hält eine größere Menge desselben in einem gut verschlossenen Glase vorrätig. Das sandgefüllte Schälchen

[1]) Das Minuszeichen vor 0,608 usw. wird mit Rücksicht auf die unter demselben Zeichen stehende Zahl für J in + umgewandelt, der Betrag ist also jedesmal zuzuzählen, nicht abzuziehen.

enthält einen dünnen, 5 cm langen, an beiden Enden rund geschmolzenen Glasstab, worauf man das gemeinschaftliche Gewicht genau ermittelt. Von der zu untersuchenden Substanz fügt man 3 bis 4 g hinzu, bestimmt die Gewichtszunahme genau und bringt das so beschickte Schälchen eine Viertelstunde lang in den erwärmten, beim Zucker erwähnten, doppelwandigen Trockenschrank. Nach Verlauf dieser Zeit hat sich die Zuckermasse verflüssigt, zum Teil in den heißen Sand hineingezogen; man nimmt das Schälchen heraus, setzt es auf einen Bogen Glanzpapier und arbeitet mittels des Glasstäbchens den Sand und die zu trocknende Substanz so lange durcheinander, bis ein tunlichst gleichartiges, lockeres, unzusammenhängendes Gemisch entstanden. Der Glasstab verbleibt in der Masse, welche so viel Sand enthalten muß, daß sie niemals breiartig erscheint; etwa verstreute Sandkörnchen werden von dem Glanzpapier in das Schälchen zurückgebracht, und dieses wird nunmehr im Trockenschranke zwei Stunden lang bei etwa 70° C vorgetrocknet, darauf anhaltend einer Temperatur von 100 bis 105° C ausgesetzt.

Fig. 74.

Man trocknet sechs bis acht Stunden und länger, ehe man das im Exsikkator erkaltete Schälchen wägt, setzt nach dieser ersten Wägung das Trocknen noch zwei bis drei Stunden fort und wägt abermals. Hat eine fernere Gewichtsabnahme stattgefunden, so muß man noch länger trocknen, bis endlich eine neue Wägung mit der vorhergegangenen übereinstimmt oder doch nur wenig — höchstens um 0,005 g — von ihr abweicht.

Beispiel. Schälchen + Sand, Glasstab und Füllmasse 82,831 g,
Schälchen + Sand und Glasstab . . . . 77,311 g,
Füllmasse 5,520 g.

Nach sechsstündigem Trocknen wog das Schälchen . . 82,420 g,
„ siebenstündigem Trocknen . . . . 82,396 g,
„ neunstündigem Trocknen . . . . 82,395 g.

Mithin Schälchen vor dem Trocknen . . . . 82,831 g,
Dasselbe nach dem Trocknen . . . . 82,395 g,
Verlust = Wasser 0,436 g.

$$5{,}520 : 0{,}436 = 100 : x,$$
$$x = 7{,}9 \text{ Proz. Wasser.}$$

Da sich auch hier die Gesamtmenge des Nichtzuckers als der Rest darstellt, welcher nach Abzug von Zucker und Wasser von

100,0 Proz. verbleibt (S. 134), so war die Füllmasse nach vorstehenden Untersuchungen zusammengesetzt aus:

81,1	Proz.	Zucker,
7,9	„	Wasser,
11,0	„	Nichtzucker,
100,0	Proz.	

Eine andere, überaus schnell und einfach ausführbare Methode zur Bestimmung des Gehalts an Wasser in Zuckerlösungen ist auf deren Eigenschaft gegründet, hindurchstrahlendes Licht je nach der Menge des aufgelösten Zuckers stärker oder schwächer zu brechen oder zu reflektieren [1]).

Zur Messung der Größe dieser Brechung — des Brechungsquotienten — stellt man die Lage der Grenzlinie der Totalreflexion fest zu den Flächen eines Doppelprismas, in welches das Licht aus der zu untersuchenden Flüssigkeit durch Brechung eintritt.

Der hierzu dienende Apparat ist das Abbesche Refraktometer von Carl Zeiß in Jena, Fig. 75, welches im wesentlichen aus folgenden Teilen besteht:

1. dem zur Aufnahme der Flüssigkeit bestimmten Doppelprisma *AB*,

2. einem Fernrohre *OF* zur Beobachtung der in dem Prisma entstehenden Grenzlinie der Totalreflexion und

3. einem mit dem Fernrohre fest verbundenen Kreisabschnitt *S*, auf dem eine Teilung (nach Brechungsquotienten) angebracht ist.

Das Doppelprisma ist mittels eines längeren, außen auf *S* dicht anliegenden (in der Figur nicht sichtbaren) flachen Schenkels *J*, der oben einen Zeiger für die auf *S* befindliche Teilung und die Lupe *L* zur Beobachtung derselben trägt, um eine wagerechte bei *a* eingeschlossene Achse drehbar und wird von zwei gleichen, je in ein Metallgehäuse eingekitteten Prismen von Flintglas gebildet. Eine kleine Menge (einige Tropfen) der zu untersuchenden Flüssigkeit kommt als dünne, etwa 0,15 mm starke Schicht zwischen die einander zugewandten inneren Flächen der beiden Prismen. Von ihnen dient das eine, dem Fernrohr abgewandte und mittels des Griffes *v* aufklappbare Prisma *B* nur zur Beleuchtung, während in dem anderen *A* die Grenzlinie entsteht, wenn durch den Spiegel *R* Licht in den Apparat geworfen wird. Auf die wissenschaftliche Begründung der Konstruktion kann hier nicht eingegangen werden.

---

[1]) Die Bestimmungsmethode ist zuerst von Strohmer bearbeitet (Zeitschrift 1884, S. 256), später von Müller und Stolle (das. 1888, S. 91 und 1901, S. 335, 469), in neuerer Zeit und wesentlich vervollkommnet von Hugh Main (das. 1907, S. 1008 bis 1015), von v. Lippmann (Deutsche Zuckerindustrie 1908, S. 106 bis 108) und Lange (Zeitschrift 1908, S. 177 bis 198).

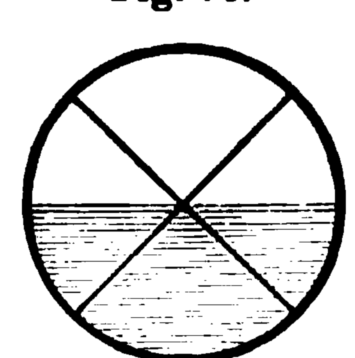
Diese Grenzlinie bringt man in das Gesichtsfeld des Fernrohres in folgender Weise: Während der Teil S, der die Skala trägt, fest-

Fig. 75.

gehalten wird, schiebt man den über S beweglichen Schenkel J aus der Anfangslage, bei welcher der an J befindliche Zeiger auf 1,3330 der

Teilung steht, langsam in solcher Richtung weiter, daß die Zahlen der Teilung wachsen, und zwar so lange, bis das anfangs helle Gesichtsfeld von seiner unteren Hälfte her dunkel wird. Die Trennungslinie zwischen der hellen und der dunklen Hälfte des Gesichtsfeldes ist die Grenzlinie. Sie erscheint zunächst als ein farbiger Saum, welcher aber durch vorsichtiges Drehen an *M* vermittelst einer in dem Fernrohrgehäuse bei *T* eingeschlossenen optischen Vorrichtung, des „Kompensators", farblos und scharf begrenzt einzustellen ist. Im Fernrohr selbst ist ein Fadenkreuz angebracht, und man verschiebt nun den Schenkel *J* und dreht damit zugleich das Doppelprisma *AB* so weit, bis sich die Grenzlinie genau in den Schnittpunkt des Fadenkreuzes, wie Fig. 76 zeigt, einstellt. Durch ein geringes Hinein- oder Herausziehen des Fernrohrteiles *O* ist diese Beobachtung dem Sehvermögen des Beobachters anzupassen. Die dann mittels des obengedachten Zeigers an der Teilung auf *S* mittels der Lupe *L* erfolgende Ablesung liefert den Brechungsquotienten oder Brechungs-Index der untersuchten Zuckerlösung, aus welchem ihr Prozentgehalt an Wasser ohne weitere Rechnung in der nebenstehenden Tabelle XI gefunden wird.

Fig. 76.



Da der Brechungsquotient von Flüssigkeiten sich mit wechselnder Temperatur ändert, so ist beim Gebrauche des Apparates derselbe stets auf der Normaltemperatur von + 20° C zu halten. Zu diesem Zwecke sind die beiden, zum Teil hohlen Prismengehäuse durch Gummischläuche mit einem größeren Gefäß zu verbinden, aus dem sie während der ganzen Beobachtungszeit mit Wasser von + 20° C durchflossen werden. Der Eintritt des Wassers in *B* erfolgt bei *D*, der Austritt aus *A* bei *E*, ein kurzer Gummischlauch vermittelt die Verbindung der Wasserzuführung zwischen beiden Heizkammern, ein Thermometer (welches abgebrochen gezeichnet ist) die Überwachung der Temperatur.

Bei Untersuchung klarer Flüssigkeiten bringt man dieselben zunächst auf + 20° C, neigt das Refraktometer, öffnet durch Drehen von *v* das Prismengehäuse, bringt einige Tropfen der zu untersuchenden Flüssigkeit auf das wagerecht liegende Prisma, klappt das andere wieder darauf und schließt das Gehäuse. Nach Aufrichtung des Apparates wird die Grenzlinie eingestellt und die Ablesung gemacht. Man nimmt das Mittel aus drei Ablesungen. Nach jeder Untersuchung werden die geöffneten Prismenoberflächen sorgfältig mit nassem, zuletzt mit trockenem Filtrierpapier gereinigt.

Beispiel. Ein Dünnsaft gab eine Ablesung von 1,3541, eine Zahl, der nach der Tabelle ein Gehalt von 85,8 Proz. Wasser entspricht, seine Trockensubstanz beträgt demnach 14,2 Proz.

Abläufe, welche Kristalle enthalten, und Füllmassen müssen zunächst durch Zusatz von Wasser klar gelöst und verdünnt werden. In

Tabelle XI

zur Wasserbestimmung in Zuckerlösungen mittels des Abbeschen Refraktometers. Von Hugh Main[1]).

Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,3330	100	1,3382	96,3	1,3436	92,6	1,3492	88,9
1,3331	99,9	1,3383	96,2	1,3438	92,5	1,3494	88,8
1,3333	99,8	1,3385	96,1	1,3439	92,4	1,3496	88,7
1,3334	99,7	1,3386	96	1,3441	92,3	1,3497	88,6
1,3336	99,6	1,3387	95,9	1,3442	92,2	1,3499	88,5
1,3337	99,5	1,3389	95,8	1,3444	92,1	1,3500	88,4
1,3338	99,4	1,3390	95,7	1,3445	92	1,3502	88,3
1,3340	99,3	1,3392	95,6	1,3447	91,9	1,3503	88,2
1,3341	99,2	1,3393	95,5	1,3448	91,8	1,3505	88,1
1,3343	99,1	1,3394	95,4	1,3450	91,7	1,3507	88
1,3344	99	1,3396	95,3	1,3451	91,6	1,3508	87,9
1,3345	98,9	1,3397	95,2	1,3453	91,5	1,3510	87,8
1,3347	98,8	1,3399	95,1	1,3454	91,4	1,3511	87,7
1,3348	98,7	1,3400	95	1,3456	91,3	1,3513	87,6
1,3350	98,6	1,3402	94,9	1,3457	91,2	1,3515	87,5
1,3351	98,5	1,3403	94,8	1,3459	91,1	1,3516	87,4
1,3352	98,4	1,3405	94,7	1,3460	91	1,3518	87,3
1,3354	98,3	1,3406	94,6	1,3462	90,9	1,3519	87,2
1,3355	98,2	1,3408	94,5	1,3463	90,8	1,3521	87,1
1,3357	98,1	1,3409	94,4	1,3465	90,7	1,3522	87
1,3358	98	1,3411	94,3	1,3466	90,6	1,3524	86,9
1,3359	97,9	1,3412	94,2	1,3468	90,5	1,3526	86,8
1,3361	97,8	1,3414	94,1	1,3469	90,4	1,3527	86,7
1,3362	97,7	1,3415	94	1,3471	90,3	1,3529	86,6
1,3364	97,6	1,3417	93,9	1,3472	90,2	1,3530	86,5
1,3365	97,5	1,3418	93,8	1,3474	90,1	1,3532	86,4
1,3366	97,4	1,3420	93,7	1,3475	90	1,3533	86,3
1,3368	97,3	1,3421	93,6	1,3477	89,9	1,3535	86,2
1,3369	97,2	1,3423	93,5	1,3478	89,8	1,3537	86,1
1,3371	97,1	1,3424	93,4	1,3480	89,7	1,3538	86
1,3372	97	1,3426	93,3	1,3481	89,6	1,3540	85,9
1,3373	96,9	1,3427	93,2	1,3483	89,5	1,3541	85,8
1,3375	96,8	1,3429	93,1	1,3484	89,4	1,3543	85,7
1,3376	96,7	1,3430	93	1,3486	89,3	1,3545	85,6
1,3378	96,6	1,3432	92,9	1,3488	89,2	1,3546	85,5
1,3379	96,5	1,3433	92,8	1,3489	89,1	1,3548	85,4
1,3380	96,4	1,3435	92,7	1,3491	89	1,3549	85,3

[1]) Zeitschrift 1907, S. 1010 bis 1015.

Tabelle XI. (Fortsetzung.)

Brechungs-Index bei 20° C	Proz Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,3551	85,2	1,3620	81	1,3691	76,8	1,3764	72,6
1,3552	85,1	1,3622	80,9	1,3692	76,7	1,3766	72,5
1,3554	85	1,3624	80,8	1,3694	76,6	1,3767	72,4
1,3556	84,9	1,3625	80,7	1,3696	76,5	1,3769	72,3
1,3557	84,8	1,3627	80,6	1,3697	76,4	1,3771	72,2
1,3559	84,7	1,3629	80,5	1,3699	76,3	1,3773	72,1
1,3561	84,6	1,3630	80,4	1,3701	76,2	1,3774	72
1,3562	84,5	1,3632	80,3	1,3703	76,1	1,3776	71,9
1,3564	84,4	1,3634	80,2	1,3704	76	1,3778	71,8
1,3566	84,3	1,3635	80,1	1,3706	75,9	1,3780	71,7
1,3567	84,2	1,3637	80	1,3708	75,8	1,3782	71,6
1,3569	84,1	1,3639	79,9	1,3709	75,7	1,3783	71,5
1,3571	84	1,3640	79,8	1,3711	75,6	1,3785	71,4
1,3572	83,9	1,3642	79,7	1,3713	75,5	1,3787	71,3
1,3574	83,8	1,3644	79,6	1,3714	75,4	1,3789	71,2
1,3576	83,7	1,3645	79,5	1,3716	75,3	1,3790	71,1
1,3577	83,6	1,3647	79,4	1,3718	75,2	1,3792	71
1,3579	83,5	1,3649	79,3	1,3719	75,1	1,3794	70,9
1,3581	83,4	1,3650	79,2	1,3721	75	1,3796	70,8
1,3582	83,3	1,3652	79,1	1,3723	74,9	1,3798	70,7
1,3584	83,2	1,3654	79	1,3725	74,8	1,3799	70,6
1,3586	83,1	1,3655	78,9	1,3726	74,7	1,3801	70,5
1,3587	83	1,3657	78,8	1,3728	74,6	1,3803	70,4
1,3589	82,9	1,3659	78,7	1,3730	74,5	1,3805	70,3
1,3591	82,8	1,3661	78,6	1,3732	74,4	1,3806	70,2
1,3592	82,7	1,3662	78,5	1,3733	74,3	1,3808	70,1
1,3594	82,6	1,3664	78,4	1,3735	74,2	1,3810	70
1,3596	82,5	1,3666	78,3	1,3737	74,1	1,3812	69,9
1,3597	82,4	1,3667	78,2	1,3739	74	1,3814	69,8
1,3599	82,3	1,3669	78,1	1,3741	73,9	1,3816	69,7
1,3600	82,2	1,3671	78	1,3742	73,8	1,3817	69,6
1,3602	82,1	1,3672	77,9	1,3744	73,7	1,3819	69,5
1,3604	82	1,3674	77,8	1,3746	73,6	1,3821	69,4
1,3605	81,9	1,3676	77,7	1,3748	73,5	1,3823	69,3
1,3607	81,8	1,3677	77,6	1,3749	73,4	1,3825	69,2
1,3609	81,7	1,3679	77,5	1,3751	73,3	1,3827	69,1
1,3610	81,6	1,3681	77,4	1,3753	73,2	1,3828	69
1,3612	81,5	1,3682	77,3	1,3755	73,1	1,3830	68,9
1,3614	81,4	1,3684	77,2	1,3757	73	1,3832	68,8
1,3615	81,3	1,3686	77,1	1,3758	72,9	1,3834	68,7
1,3617	81,2	1,3687	77	1,3760	72,8	1,3836	68,6
1,3619	81,1	1,3689	76,9	1,3762	72,7	1,3838	68,5

Tabelle XI. (Fortsetzung.)

Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,3839	68,4	1,3917	64,2	1,3997	60	1,4079	55,8
1,3841	68,3	1,3919	64,1	1,3999	59,9	1,4081	55,7
1,3843	68,2	1,3921	64	1,4001	59,8	1,4083	55,6
1,3845	68,1	1,3923	63,9	1,4003	59,7	1,4085	55,5
1,3847	68	1,3925	63,8	1,4005	59,6	1,4087	55,4
1,3849	67,9	1,3927	63,7	1,4007	59,5	1,4089	55,3
1,3850	67,8	1,3929	63,6	1,4009	59,4	1,4091	55,2
1,3852	67,7	1,3931	63,5	1,4011	59,3	1,4093	55,1
1,3854	67,6	1,3932	63,4	1,4013	59,2	1,4095	55
1,3856	67,5	1,3934	63,3	1,4015	59,1	1,4097	54,9
1,3858	67,4	1,3936	63,2	1,4017	59	1,4099	54,8
1,3860	67,3	1,3938	63,1	1,4019	58,9	1,4101	54,7
1,3862	67,2	1,3940	63	1,4021	58,8	1,4103	54,6
1,3863	67,1	1,3942	62,9	1,4022	58,7	1,4106	54,5
1,3865	67	1,3944	62,8	1,4024	58,6	1,4108	54,4
1,3867	66,9	1,3946	62,7	1,4026	58,5	1,4110	54,3
1,3869	66,8	1,3948	62,6	1,4028	58,4	1,4112	54,2
1,3871	66,7	1,3950	62,5	1,4030	58,3	1,4114	54,1
1,3873	66,6	1,3951	62,4	1,4032	58,2	1,4116	54
1,3874	66,5	1,3953	62,3	1,4034	58,1	1,4118	53,9
1,3876	66,4	1,3955	62,2	1,4036	58	1,4120	53,8
1,3878	66,3	1,3957	62,1	1,4038	57,9	1,4123	53,7
1,3880	66,2	1,3959	62	1,4040	57,8	1,4125	53,6
1,3882	66,1	1,3961	61,9	1,4042	57,7	1,4127	53,5
1,3884	66	1,3963	61,8	1,4044	57,6	1,4129	53,4
1,3885	65,9	1,3965	61,7	1,4046	57,5	1,4131	53,3
1,3887	65,8	1,3967	61,6	1,4048	57,4	1,4133	53,2
1,3889	65,7	1,3969	61,5	1,4050	57,3	1.4135	53,1
1,3891	65,6	1,3970	61,4	1,4052	57,2	1,4137	53
1,3893	65,5	1,3972	61,3	1,4054	57,1	1,4140	52,9
1,3895	65,4	1,3974	61,2	1,4056	57	1,4142	52,8
1,3896	65,3	1,3976	61,1	1,4058	56,9	1,4144	52,7
1,3898	65,2	1,3978	61	1,4060	56,8	1,4146	52,6
1,3900	65,1	1,3980	60,9	1,4062	56,7	1,4148	52,5
1,3902	65	1,3982	60,8	1,4064	56,6	1,4150	52,4
1,3904	64,9	1,3984	60,7	1,4066	56,5	1,4152	52,3
1,3906	64,8	1,3986	60,6	1,4068	56,4	1,4154	52,2
1,3908	64,7	1,3988	60,5	1,4070	56,3	1,4156	52,1
1,3910	64,6	1,3989	60,4	1,4071	56,2	1,4159	52
1,3912	64,5	1,3991	60,3	1,4073	56,1	1,4161	51,9
1,3913	64,4	1,3993	60,2	1,4075	56	1,4163	51,8
1,3915	64,3	1,3995	60,1	1,4077	55,9	1,4165	51,7

Tabelle XI. (Fortsetzung.)

Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,4167	51,6	1,4255	47,4	1,4345	43,2	1,4442	39
1,4169	51,5	1,4257	47,3	1,4348	43,1	1,4445	38,9
1,4171	51,4	1,4259	47,2	1,4350	43	1,4447	38,8
1,4173	51,3	1,4261	47,1	1,4352	42,9	1,4449	38,7
1,4176	51,2	1,4263	47	1,4355	42,8	1,4451	38,6
1,4178	51,1	1,4265	46,9	1,4357	42,7	1,4454	38,5
1,4180	51	1,4267	46,8	1,4359	42,6	1,4456	38,4
1,4182	50,9	1,4269	46,7	1,4362	42,5	1,4458	38,3
1,4184	50,8	1,4271	46,6	1,4364	42,4	1,4461	38,2
1,4186	50,7	1,4273	46,5	1,4366	42,3	1,4463	38,1
1,4188	50,6	1,4275	46,4	1,4368	42,2	1,4465	38
1,4190	50,5	1,4277	46,3	1,4371	42,1	1,4468	37,9
1,4193	50,4	1,4279	46,2	1,4373	42	1,4470	37,8
1,4195	50,3	1,4281	46,1	1,4375	41,9	1,4472	37,7
1,4197	50,2	1,4283	46	1,4378	41,8	1,4475	37,6
1,4199	50,1	1,4285	45,9	1,4380	41,7	1,4477	37,5
1,4201	50	1,4288	45,8	1,4382	41,6	1,4479	37,4
1,4203	49,9	1,4290	45,7	1,4385	41,5	1,4482	37,3
1,4205	49,8	1,4292	45,6	1,4387	41,4	1,4484	37,2
1,4207	49,7	1,4294	45,5	1,4389	41,3	1,4486	37,1
1,4209	49,6	1,4296	45,4	1,4391	41,2	1,4489	37
1,4211	49,5	1,4298	45,3	1,4394	41,1	1,4491	36,9
1,4213	49,4	1,4300	45,2	1,4396	41	1,4493	36,8
1,4215	49,3	1,4302	45,1	1,4398	40,9	1,4496	36,7
1,4217	49,2	1,4304	45	1,4401	40,8	1,4498	36,6
1,4220	49,1	1,4306	44,9	1,4403	40,7	1,4500	36,5
1,4222	49	1,4309	44,8	1,4405	40,6	1,4503	36,4
1,4224	48,9	1,4311	44,7	1,4408	40,5	1,4505	36,3
1,4226	48,8	1,4313	44,6	1,4410	40,4	1,4507	36,2
1,4228	48,7	1,4316	44,5	1,4412	40,3	1,4509	36,1
1,4230	48,6	1,4318	44,4	1,4414	40,2	1,4512	36
1,4232	48,5	1,4320	44,3	1,4417	40,1	1,4514	35,9
1,4234	48,4	1,4322	44,2	1,4419	40	1,4516	35,8
1,4236	48,3	1,4325	44,1	1,4421	39,9	1,4519	35,7
1,4238	48,2	1,4327	44	1,4424	39,8	1,4521	35,6
1,4240	48,1	1,4329	43,9	1,4426	39,7	1,4523	35,5
1,4242	48	1,4332	43,8	1,4428	39,6	1,4526	35,4
1,4244	47,9	1,4334	43,7	1,4431	39,5	1,4528	35,3
1,4246	47,8	1,4336	43,6	1,4433	39,4	1,4530	35,2
1,4248	47,7	1,4339	43,5	1,4435	39,3	1,4533	35,1
1,4250	47,6	1,4341	43,4	1,4438	39,2	1,4535	35
1,4253	47,5	1,4343	43,3	1,4440	39,1	1,4537	34,9

Tabelle XI. (Fortsetzung.)

Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,4540	34,8	1,4637	30,6	1,4740	26,4	1,4845	22,2
1,4542	34,7	1,4639	30,5	1,4742	26,3	1,4848	22,1
1,4544	34,6	1,4642	30,4	1,4744	26,2	1,4850	22
1,4547	34,5	1,4644	30,3	1,4747	26,1	1,4853	21,9
1,4549	34,4	1,4646	30,2	1,4749	26	1,4855	21,8
1,4551	34,3	1,4649	30,1	1,4752	25,9	1,4858	21,7
1,4554	34,2	1,4651	30	1,4754	25,8	1,4860	21,6
1,4556	34,1	1,4653	29,9	1,4757	25,7	1,4863	21,5
1,4558	34	1,4656	29,8	1,4759	25,6	1,4865	21,4
1,4561	33,9	1,4658	29,7	1,4762	25,5	1,4868	21,3
1,4563	33,8	1,4661	29,6	1,4764	25,4	1,4871	21,2
1,4565	33,7	1,4663	29,5	1,4767	25,3	1,4873	21,1
1,4567	33,6	1,4666	29,4	1,4769	25,2	1,4876	21
1,4570	33,5	1,4668	29,3	1,4772	25,1	1,4878	20,9
1,4572	33,4	1,4671	29,2	1,4774	25	1,4881	20,8
1,4574	33,3	1,4673	29,1	1,4777	24,9	1,4883	20,7
1,4577	33,2	1,4676	29	1,4779	24,8	1,4886	20,6
1,4579	33,1	1,4678	28,9	1,4782	24,7	1,4888	20,5
1,4581	33	1,4681	28,8	1,4784	24,6	1,4891	20,4
1,4584	32,9	1,4683	28,7	1,4787	24,5	1,4893	20,3
1,4586	32,8	1,4685	28,6	1,4789	24,4	1,4896	20,2
1,4588	32,7	1,4688	28,5	1,4792	24,3	1,4898	20,1
1,4591	32,6	1,4690	28,4	1,4794	24,2	1,4901	20
1,4593	32,5	1,4693	28,3	1,4797	24,1	1,4904	19,9
1,4595	32,4	1,4695	28,2	1,4799	24	1,4906	19,8
1,4598	32,3	1,4698	28,1	1,4802	23,9	1,4909	19,7
1,4600	32,2	1,4700	28	1,4804	23,8	1,4912	19,6
1,4602	32,1	1,4703	27,9	1,4807	23,7	1,4914	19,5
1,4605	32	1,4705	27,8	1,4810	23,6	1,4917	19,4
1,4607	31,9	1,4708	27,7	1,4812	23,5	1,4919	19,3
1,4609	31,8	1,4710	27,6	1,4815	23,4	1,4922	19,2
1,4612	31,7	1,4713	27,5	1,4817	23,3	1,4925	19,1
1,4614	31,6	1,4715	27,4	1,4820	23,2	1,4927	19
1,4616	31,5	1,4717	27,3	1,4822	23,1	1,4930	18,9
1,4619	31,4	1,4720	27,2	1,4825	23	1,4933	18,8
1,4621	31,3	1,4722	27,1	1,4827	22,9	1,4935	18,7
1,4623	31,2	1,4725	27	1,4830	22,8	1,4938	18,6
1,4625	31,1	1,4727	26,9	1,4832	22,7	1,4941	18,5
1,4628	31	1,4730	26,8	1,4835	22,6	1,4943	18,4
1,4630	30,9	1,4732	26,7	1,4838	22,5	1,4946	18,3
1,4632	30,8	1,4735	26,6	1,4840	22,4	1,4949	18,2
1,4635	30,7	1,4737	26,5	1,4843	22,3	1,4951	18,1

Tabelle XI. (Fortsetzung.)

Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser	Brechungs-Index bei 20° C	Proz. Wasser
1,4954	18	1,4975	17,2	1,4996	16,4	1,5017	15,6
1,4956	17,9	1,4978	17,1	1,4999	16,3	1,5020	15,5
1,4959	17,8	1,4980	17	1,5001	16,2	1,5022	15,4
1,4962	17,7	1,4983	16,9	1,5004	16,1	1,5025	15,3
1,4964	17,6	1,4985	16,8	1,5007	16	1,5028	15,2
1,4967	17,5	1,4988	16,7	1,5009	15,9	1,5030	15,1
1,4970	17,4	1,4991	16,6	1,5012	15,8	1,5033	15
1,4972	17,3	1,4993	16,5	1,5015	15,7		

einem mit kurzem Glasstab versehenen und gewogenem Becherglase wägt man genau 10,0 g Substanz ab, fügt etwa ebensoviel heißes Wasser hinzu und bringt durch Umrühren die vorhandenen Kristalle vollständig in Lösung. Man kühlt dann auf + 20° C ab, wägt wieder und erfährt dadurch die Menge des zugesetzten Wassers, worauf die refraktometrische Bestimmung vorgenommen wird. Der Wassergehalt der untersuchten Füllmasse berechnet sich dann folgendermaßen:

Beispiel. 10,0 g Füllmasse sind aufgelöst worden. Nach dem Abkühlen der Lösung wog:

Glas mit Glasstab und verdünnter Füllmasse . . . . 53,452 g,
" " " " unverdünnter Füllmasse . . . 43,252 g,
Mithin Wasserzusatz = 10,200 g

und Gesamtmenge der Mischung 20,200 g.

Dieselbe ließ im Refraktometer einen Brechungsquotienten von 1,4075 ablesen und besaß also nach Tabelle XI, S. 191 einen Gehalt von 56,0 Proz. Wasser.

In der Gesamtmenge der Mischung berechnet sich somit ein Gehalt von Wasser nach dem Ansatz:

$$100 : 56,0 = 20,2 : x,$$
$$x = 11,31 \text{ g Wasser}.$$

Von diesem Betrage sind aber laut obenstehender Wägung 10,2 g als hinzugefügtes Wasser abzusetzen, so daß für das in den 10 g Füllmasse enthalten gewesene Wasser nur 11,31 — 10,20 = 1,11 g übrig bleiben. Nach dem Ansatz:

$$10,0 : 1,11 = 100 : x$$

ergibt sich somit für die untersuchte Füllmasse ein Gehalt von

11,1 Proz. Wasser
und 88,9 " Trockensubstanz
= 100,0 Proz.

War die Normaltemperatur aus irgend welchen Gründen nicht einzuhalten, so benutzt man die von **Stanek** berechnete Korrektionstabelle XII[1]), deren Gebrauch leicht ersichtlich.

Tabelle XII

zur Berichtigung der mittels des Abbeschen Refraktometers unter oder über + 20° C gefundenen prozentischen Mengen Wasser (Stanek).

Temperatur °C	Wassergehalt									
	95	90	85	80	70	60	50	40	30	25
	Zu dem Wassergehalte ist hinzuzuzählen:									
15	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36	0,37	0,36	0,36
16	0,21	0,23	0,26	0,27	0,29	0,31	0,31	0,32	0,31	0,29
17	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23	0,23	0,20	0,17
18	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15	0,12	0,09
19	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,08	0,07	0,05
	Von dem Wassergehalte ist abzuziehen:									
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,14	0,14	0,14
23	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,23	0,21	0,22	0,22
24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,28	0,29	0,29
25	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,38	0,36	9,36	0,37
26	0,36	0,39	0,39	0,41	0,43	0,43	0,46	0,44	0,43	0,44
27	0,43	0,46	0,46	0,48	0,50	0,51	0,55	0,62	0,50	0,51
28	0,50	0,53	0,53	0,55	0,58	0,59	0,63	0,70	0,57	0,59
29	0,57	0,60	0,61	0,62	0,66	0,67	0,71	0,78	0,65	0,67
30	0,64	0,67	0,70	0,71	0,74	0,75	0,80	0,86	0,73	0,75

Beispiele:

1. Bei 15° C seien gefunden . . 90,00 Proz. Wassergehalt,
   für Temperaturabweichung . + 0,27 „
   Berichtigter Wassergehalt . . 90,27 Proz.
2. Bei 22° C seien gefunden . . 90,00 Proz.,
   für Temperaturabweichung . — 0,14 „
   Berichtigter Wassergehalt . . 89,86 Proz.

Die Bestimmung mittels des Refraktometers wird um so unsicherer, je mehr Nichtzuckerstoffe die zu prüfenden Flüssigkeiten enthalten, wie z. B. die **Melassen**, bei deren Verdünnung mit Wasser auch die

[1]) Zeitschrift f. Zuckerindustrie in Böhmen, Heft 3, 1908.

dabei eintretende Volumverminderung und auch die Farbentiefe die Richtigkeit der Ergebnisse stark beeinflussen.

Man kann diese Nachteile wesentlich vermindern, wenn man die Melassen und dunkeln Abläufe anstatt mit Wasser mit einer reinen Zuckerlösung verdünnt, deren Trockensubstanz vorher refraktometrisch bestimmt ist. Es läßt sich dann der Gehalt an Trockensubstanz x der unverdünnten Melasse aus folgender Gleichung finden:

$$x = \frac{(a + b) \times P - bp}{a},$$

worin a das Gewicht der verwendeten Melasse, b das der reinen Zuckerlösung, p der durch das Refraktometer gefundene Gehalt an Trockensubstanz, und P der Betrag des durch das Refraktometer bestimmten Gehaltes an Trockensubstanz in der Mischung.

Mischt man, was in solchem Falle immer das Einfachste ist, genau gleiche Gewichtsmengen Melasse und reiner Zuckerlösung, so vereinfacht sich die Formel (da nunmehr $a = b$ ist) auf

$$x = 2P - p.$$

Hat z. B. eine reine Zuckerlösung einen Brechungsquotienten von 1,4228 ergeben, so entspricht demselben ein Wassergehalt von 48,7 Proz. und demnach ein Gehalt von 51,3 Proz. Trockensubstanz (p). Eine Mischung von genau gleichen Gewichtsteilen dieser Zuckerlösung und einer Melasse läßt einen Brechungsquotienten von 1,4537 am Refraktometer ablesen, was nach der Tabelle = 34,9 Proz. Wasser und 65,1 Proz. Trockensubstanz (P) ergibt. Mithin ist die Trockensubstanz x der untersuchten Melasse im ursprünglichen Zustande:

$$x = 2 \times 65{,}1 - 53{,}1 = 77{,}1 \text{ Proz.}$$ [1]).

Berechnung der Reinheitsquotienten.

Reinheitsquotient oder kurz Quotient eines zuckerhaltigen Stoffes nennt man diejenige Zahl, welche angibt, wieviel Prozente Zucker in der Trockensubstanz vorhanden sind.

Ein Saft, eine Füllmasse, ist daher um so besser und reiner, je größer ihr Quotient.

Zur Berechnung dieser Zahl legt man am richtigsten die gewichtsanalytische Bestimmung des Gehaltes an Trockensubstanz zugrunde und erhält auf diese Weise den „wirklichen" Reinheitsquotienten; bei Flüssigkeiten nimmt man aber auch häufig die Anzeige der Brixschen Spindel (entweder mit der Spindel selbst gefunden, oder indem man das spezifische Gewicht ermittelt und den Betrag in Grade Brix umrechnet) als die Angabe der Trockensubstanz an.

Die Benutzung der auf letztere Weise gefundenen Zahl bei der Berechnung gibt dann den „scheinbaren" Reinheitsquotienten, so ge-

---

1) Tischtschenko, Zeitschrift 1909, S. 103.

nannt, weil die Angabe der Brixspindel in Flüssigkeiten, welche neben dem Zucker auch gelöste Nichtzuckerstoffe enthalten, nur eine scheinbar richtige sein kann, indem die letzteren das spezifische Gewicht der Lösung auch und in anderer Weise beeinflussen, wie es der Zucker tut.

Beispiel. Die obenstehende Analyse der Füllmasse ergab:

7,9 Proz. Wasser, mithin enthält dieselbe
92,1 „ Trockensubstanz,
= 100,0 Proz.,

in welcher 81 Proz. Zucker enthalten sind.

Nach dem Ansatz:

$$92{,}1 : 81{,}1 = 100 : x,$$

berechnet sich demnach als wirklicher Reinheitsquotient jener Füllmasse:

$$x = 88{,}06$$ [1]).

Die refraktometrisch ermittelten Zahlen für Trockensubstanz liegen zumeist zwischen den Werten, wie sie die gewichtsanalytische Bestimmung und denen, welche die Brixspindel ergibt. Der mit den Refraktometerzahlen berechnete Reinheitsquotient ist somit auch nur ein „scheinbarer", der aber mit dem bisher so bezeichneten Werte nicht völlig übereinstimmt [2]).

D. Bestimmung des Aschegehaltes.

Es wird dieselbe genau so wie beim Zucker ausgeführt; man wägt 2 bis 3 g in das tarierte Platinschälchen ein, übergießt mit wenig Schwefelsäure und mischt durch vorsichtiges Rühren mittels eines Platindrahtes die Substanz mit der Säure zusammen. Den Platindraht wischt man in einem sehr kleinen Stückchen Filtrierpapier ab und wirft dasselbe mit in das Schälchen, erhitzt anfänglich schwach, dann stärker bis zur völligen Verkohlung, verbrennt die häufig hoch aufgeblähte

---

[1]) Die oben mehrfach erwähnten „Ausführungsbestimmungen" zum deutschen Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896 in der durch das Gesetz vom 6. Januar 1903 abgeänderten Fassung nehmen bei der für steueramtliche Zwecke erforderlichen Bestimmung des Quotienten von Zuckerabläufen (Sirupen oder Melassen) überall als Trockensubstanz die Angabe der Brixspindel bei + 20° C.

Bei der dazu erforderlichen Feststellung des Zuckergehaltes unterscheiden die „Ausführungsbestimmungen" zwischen Zuckerabläufen mit weniger als 2 Proz. Invertzucker, solchen mit 2 Proz. und mehr Invertzucker und solchen, welche Raffinose enthalten.

Im ersten Falle nimmt die Steuerbehörde den Betrag der einfachen Polarisation der mit Bleiessig geklärten Flüssigkeit als Zuckergehalt an, im zweiten Falle ist die gewichtsanalytische Inversionsmethode (S. 111) vorgeschrieben, im dritten Falle die optische Inversionsmethode unter Benutzung der sogen. Raffinoseformel bei der Berechnung (S. 109).

[2]) Lange, Zeitschrift 1908, S. 197.

Kohle schließlich in der Muffel und berechnet den Glührückstand, wie oben angegeben.

Beispiel.	Platinschälchen mit Füllmasse .	13,2361 g,
	„ leer	10,3651 g,
	Angewendete Füllmasse	2,8710 g.
Nach dem Veraschen:		
	Platinschälchen mit Salzen . .	10,4540 g,
	„ leer	10,3651 g,
		0,0889 g,
abzüglich $^1/_{10}$ für Mehrgewicht der Schwefelsäure		0,00889 g,
	Asche	0,08001 g.

$$2{,}871 : 0{,}08001 = 100 : x,$$
$$x = 2{,}79 \text{ Proz. Asche.}$$

Die Rechnung wird wesentlich abgekürzt, wenn man auch hier, wie beim Zucker (S. 145), genau 3,000 g Füllmasse verascht. Man hat dann das Aschegewicht einfach mit 30 zu multiplizieren, um sofort die Prozente zu erhalten.

Von 3,000 g obiger Füllmasse würde man 0,0929 g Asche erhalten.

$$0{,}0929 \times 30 = 2{,}79 \text{ Proz. Salze.}$$

Es vervollständigt sich dementsprechend die obenstehende Zusammensetzung der Füllmasse folgendergestalt:

	81,10	Proz.	Zucker,
	7,90	„	Wasser,
	2,79	„	Salze,
Rest:	8,21	„	organischer Nichtzucker,
	100,00	Proz.	

Ist die Anwendung der „Schwefelsäuremethode" durch besondern Anlaß ausgeschlossen, so verfährt man zur Ermittelung des Salz- oder Aschegehaltes wie nachstehend:

In einer geräumigen, vorher tarierten Platinschale wird ein genau abgewogenes Quantum der zu untersuchenden Substanz — 20 bis 25 g —, wenn nötig, erst tunlichst weit eingedampft und sodann über der Flamme bis zur vollständigen Verkohlung erhitzt[1]).

Hält man die Flamme ganz klein, so verkohlt die Masse zwar langsam, aber ganz verlustlos und unter geringem Aufblähen; bei starker Erhitzung mit großer Flamme steigt die brennende Substanz leicht über den Rand der Schale. Man erhitzt, bis keine Dämpfe mehr entweichen und die Kohle zu veraschen beginnt, und geht nicht über dunkle Rotglut der Schale hinaus, da bei stärkerem Erhitzen leicht

[1]) Die „Beschlüsse" der österr.-ungar. Chemiker lauten dahin, daß die Aschenbestimmung in Melassen und Osmosewässern „stets nach dieser Methode erfolgen soll, falls nicht ausdrücklich etwas anderes verlangt wird".

eine Verdampfung von Chloralkalien eintritt. Die erkaltete, aufgeblähte Kohle durchfeuchtet man mit heißem Wasser, bringt sie in eine kleine Reibschale, zerdrückt sie mit einem Mörserpistill, spült die ganze Masse mittels der Spritzflasche in die Schale zurück, erwärmt und filtriert die Flüssigkeit, welche nunmehr die löslichen Salze aufgenommen, durch ein kleines Filter ab. Sie muß vollständig ungefärbt sein, braune Färbung würde eine unzulänglich gewesene Verkohlung anzeigen. Nach mehrmaligem Auswaschen der auf dem Filter verbliebenen Kohle breitet man dasselbe vorsichtig auf einer kleinen Glasplatte aus und spült mittels der Spritzflasche die Kohle in die Platinschale zurück.

Fig. 77.

Man kann auch das ganze Filter mit der ausgelaugten Kohle in die Schale bringen und nach erfolgter Veraschung die bekannte Menge der Filterasche bei der Wägung absetzen. Nachdem auf dem Wasserbade das zugefügte oder dem Filter anhängende Wasser völlig verdampft ist, wird die Kohle unter Anwendung starker Hitze vollständig verbrannt. Man benutzt dazu zweckmäßig Brenner mit doppeltem Luftzuge, sogen. Mastésche Brenner (Fig. 77), welche eine große und sehr heiße Flamme geben. Die rückständige, weiße oder schwach gelbliche Asche (welche den Gesamtkalkgehalt, die „Kalkasche", der verwendeten Substanz enthält) befeuchtet man mit einigen Tropfen einer Lösung von kohlensaurem Ammon, um etwa beim Glühen entstandenes Calciumoxyd wieder in kohlensaures Calcium zurückzuführen, bringt das die löslichen Salze (die „Alkaliasche") enthaltende Filtrat dazu und verdampft auf dem Wasserbade zur Trockne. Nach einstündigem Erwärmen im heißen Trockenschranke erhitzt man nochmals über freier Flamme zum schwachen Glühen, läßt im Exsikkator erkalten und wägt.

Das Mehrgewicht stellt den Gesamtgehalt an **Asche** dar, welche nun im wesentlichen aus kohlensauren Salzen und Chlorverbindungen besteht.

Wenn, wie selten erforderlich sein wird, eine weitergehende Untersuchung einer Füllmassen- oder Melassenasche auf die einzelnen Bestandteile derselben geboten ist, so verfährt man mit der so dargestellten Asche weiter nach dem am Schlusse des Abschnittes „Zucker und zuckerhaltige Stoffe“ unter 9 gegebenen Anhange „Die Analyse der Asche von Zuckern, Füllmassen, Säften und Abläufen“ betreffend.

E. Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Hat die qualitative Prüfung die Anwesenheit von Invertzucker ergeben, so wägt man behufs der quantitativen Bestimmung desselben 55,0 g in der Neusilberschale ab, spült mit Wasser in einem 250-ccm-Kolben, neutralisiert, wenn erforderlich, mit Essigsäure, wie auf S. 150 angegeben, klärt durch Zusatz einer Lösung von neutralem Bleiacetat, mischt und filtriert durch ein trockenes Filter. Vom Filtrat werden 100 ccm (= 22,0 g Substanz) in einen Kolben mit Doppelmarke (100/110 ccm) abgemessen, mit Natriumcarbonatlösung zur Entfernung des gelösten Bleisalzes bis zur zweiten Marke (= 110 ccm) versetzt und nach gutem Durchmischen abermals filtriert.

Ehe man an die Fällung mit Fehlingscher Lösung herangeht, stellt man mittels der auf S. 149 angegebenen Vorprüfung fest, wieviel Substanz überhaupt verwendet werden darf, nimmt bei geringerem Gehalt, bis 1 Proz., 50 ccm (= 10,0 g Substanz) des Filtrates und benutzt zur Berechnung Tabelle V (S. 149); bei größerem, 1 Proz. übersteigendem Gehalt fällt man die durch die Vorprüfung bestimmte Menge und benutzt demnächst Tabelle VI (S. 151) nach den daselbst ausgeführten Beispielen [1]), oder zweckmäßig Tabelle VII, S. 153 unter Anwendung von 25 ccm obigen Filtrats (+ 25 ccm Wasser).

[1]) Hat die Anwesenheit sehr erheblicher Mengen von Invertzucker die unter B 3, S. 179, bzw. S. 107 vorgeschriebene Bestimmung des Rohrzuckers durch die optische Inversionsmethode notwendig gemacht, so läßt sich aus den dabei gefundenen Werten die vorhandene Menge Invertzucker J auch annähernd durch Rechnung finden. Es dient dazu die Formel:

$$\frac{(Z - P)}{0{,}31},$$

worin Z die gefundene Menge Rohrzucker, P die direkte Polarisation bei 20° C bedeuten. Bezüglich der Zahl 0,31 s. S. 17.

In dem auf S. 108 als Beispiel gewählten „Invertzuckersirup“ waren 30,3 Proz. Rohrzucker und eine Polarisation von + 14,8° gefunden. Nach Einstellung dieser Werte in die Formel erhält man:

$$J = \frac{(30{,}2 - 14{,}8)}{0{,}31} = 50{,}0 \text{ Proz. Invertzucker,}$$

eine Zahl, welche man mittels der quantitativen Bestimmung unter Benutzung der Tabelle VI, S. 151 annähernd auch erhalten haben würde.

F. Bestimmung des Raffinosegehaltes.

Hat das Vorhandensein von Raffinose die optische Inversionsmethode erforderlich gemacht, so berechnet sich der Gehalt an Raffinose R nach der schon auf S. 154 angegebenen Formel:

$$R = \frac{P - Z}{1,852}.$$

G. Bestimmung der Farbe.

In bezug auf diese Untersuchung ist dem unter 1 F, S. 154 Gesagten nur noch wenig hinzuzufügen.

Liegen Sirupe, Melassen oder Säfte zur Bestimmung vor, deren Farbe zu dunkel für den Vergleich mit dem Normalfarbenglase ist (zwei gefärbte Glasscheiben), so prüft man mit dem doppelten Glase (vier Glasscheiben) oder man verdünnt die Flüssigkeit mit Wasser genau auf das zwei-, vier- bis zwanzigfache Volumen und beobachtet dann. Die am Apparate abgelesene Zahl wird der Verdünnung entsprechend durch 2, 4, bzw. 20 geteilt, bevor man die Division in 100 (oder, bei Anwendung des doppelten Normalfarbeglases, in 200) vornimmt.

Beispiel. Von einer Füllmasse von 70,0 Proz. Zuckergehalt sind 15,0 g zu 100,0 ccm gelöst. Diese Lösung wurde ihrer dunklen Färbung halber auf 200 ccm verdünnt und mittels des doppelten Farbeglases im Apparate geprüft.

Die abgelesene Zahl betrug 46,0, welche, der Verdünnung halber, durch 2 geteilt und in 200 (wegen des doppelten Normalfarbeglases) dividiert wurde:

$$\frac{200}{23,0} = 8,7.$$

Der absolute Zuckergehalt der 15,0 g Füllmasse enthaltenden Lösung beträgt:

$$100,0 : 70,0 = 15,0 : x,$$
$$x = 10,5 \text{ Proz.},$$

so daß sich, auf 100 Gew.-Tle. reinen Zucker bezogen, nach dem Ansatze:

$$10,5 : 8,7 = 100 : x,$$
$$x = 82,8$$

die Farbe der untersuchten Füllmasse auf 82,8 beziffert.

H. Bestimmung der Alkalität.

Den Grad der Alkalität mißt man durch die Ermittelung derjenigen Menge einer Säure von bestimmtem Wirkungswert (Probesäure), welche hinreicht, um die alkalische Reaktion von Sirupen und sonstigen Zuckerflüssigkeiten genau aufzuheben.

Als „Probesäure“ verwendet man verdünnte Schwefelsäure, Salpetersäure oder Salzsäure; da aber die eigentliche Normalsäure[1]) für diese Untersuchungen zu konzentriert ist, so arbeitet man besser und richtiger mit einer Säure von schwächerem Gehalte. Man stellt sich eine zehnfach verdünnte oder zehntelnormale Säure dar, indem man 100 ccm Normalsäure in einem Literkolben abmißt und zu 1000 ccm (bis zur Marke) mit destilliertem Wasser von + 20° C verdünnt. Am gebräuchlichsten ist die Schwefelsäure; die Normalsäure derselben enthält 40,0 g Schwefelsäureanhydrid (SO_3), die zehntelnormale Säure also 4,0 g derselben im Liter.

Zur Ausführung der Untersuchung füllt man eine in Zehntelcubikcentimeter geteilte Quetschhahnbürette mit der Probesäure bis zum Nullpunkt, wägt 20 bis 25 g der zu prüfenden Substanz in der Neusilberschale genau ab, spült mit heißem, destilliertem Wasser in eine Porzellanschale, verdünnt, wenn noch erforderlich, und setzt, falls die Lösung farblos oder nur schwach gefärbt, einige Tropfen blauviolette (neutrale) Lackmustinktur hinzu. Sobald nun durch ein allmähliches Zutröpfeln der Probesäure zu der heißen Flüssigkeit, unter gleichzeitigem Umrühren, die alkalische Reaktion derselben neutralisiert worden ist, färbt sich bei einem sehr geringen Überschuß von Säure die ganze Flüssigkeit rot. Damit ist der Versuch beendet, man liest den Verbrauch der Säure an der Bürette ab und berechnet die ihm entsprechende Menge Ätzkalk oder Kali.

Sind die Lösungen so dunkel gefärbt, daß selbst bei sehr erheblicher Verdünnung eine Änderung der zugesetzten Lackmusfarbe nicht zu unterscheiden wäre, so fügt man keine Lackmustinktur hinzu, sondern prüft die Flüssigkeit nach jedem Zusatz von Säure mittels schmaler Streifen von blauviolettem, empfindlichem Lackmuspapier.

Sobald dasselbe nach dem Eintauchen in die Flüssigkeit sich rötlich umzufärben beginnt, ist der weitere Zusatz von Säure zu unterbrechen und der Verbrauch derselben festzustellen.

1000 ccm zehntelnormale Schwefelsäure enthalten 4,0 g Schwefelsäure, entsprechend 2,8 g Calciumoxyd oder 4,7 g Kaliumoxyd. Je 1,0 ccm Säure zeigt also = 0,0028 g Ätzkalk oder Kalkalkalität oder auch 0,0047 g Kali oder Kalialkalität in der zur Untersuchung abgewogenen Menge Sirup oder Füllmasse an.

Beispiel. 20,0 g eines Ablaufsirups vom Nachprodukt, wie vorstehend behandelt, erforderten zur vollständigen, durch Lackmuspapier angezeigten Neutralisation = 10,3 ccm Probesäure (zehntelnormaler Schwefelsäure) und besaßen demnach, da hier die Alkalität wohl am richtigsten als von Kali herrührend angesehen werden darf,

$$10{,}3 \times 0{,}0047 = 0{,}0484 \text{ g Kali in } 20{,}0 \text{ g},$$

[1]) Siehe über den Begriff „Normalsäure“ unter dem Abschnitt „Soda“.

mithin in 100 g:

$$0{,}0484 \times 5 = 0{,}242 \text{ Kalialkalität.}$$

Eine Kalkalkalität würde sich in gleicher Weise zu 0,144 berechnen lassen.

Berechnung der beim Verkochen zuzusetzenden Säuremenge.

Eine zu sehr gesteigerte Alkalität beeinträchtigt die Kristallisationsfähigkeit eingekochter Füllmassen, also die Ausbeute, nicht unwesentlich, und zur Erzielung einer glatten und ergiebigen Arbeit ist deshalb eine Abstumpfung oder Zurückführung derselben auf ein bescheidenes Maß bisweilen erforderlich.

Man erreicht dies durch Zusatz einer angemessenen Menge Säure zu dem zu verkochenden Sirup, und zwar wählt man wohl am häufigsten Salzsäure und berechnet die erforderliche Menge derselben nach der vorher ermittelten Alkalität.

Kali (Kaliumoxyd) und Salzsäure (Chlorwasserstoffsäure) zersetzen sich gegenseitig derart, daß unter Abspaltung von Wasser ein leicht lösliches Kaliumchlorid entsteht:

$$K_2O + 2HCl = 2KCl + H_2O.$$

1 Mol. K_2O (= 94,20) verlangt demnach zu seiner Neutralisation 2 Mol. HCl (2 × 36,46 = 72,92), mithin bedarf je 1,0 Gew.-Tl. Kali:

$$94{,}20 : 72{,}74 = 1{,}0 : x,$$
$$x = 0{,}7722 \text{ Gew.-Tle. Chlorwasserstoffsäure.}$$

Gesetzt, man habe die Alkalität des oben als Beispiel gewählten Ablaufsirups behufs Besserung schlechten Verkochens mit Salzsäure abzustumpfen, und zwar so weit, daß ihm noch eine Kalialkalität von 0,05 Proz. verbleiben soll. Vorhanden seien 3,62 cbm = 3620 Liter Sirup, welche bei einem spezifischen Gewicht von 1,412 mithin 1,412 × 3620 = 5111,4 kg wiegen. Zur Neutralisation ist die gewöhnliche rohe Salzsäure des Handels zu benutzen, deren spezifisches Gewicht vorher ermittelt werden muß, um ihren Prozentgehalt an HCl festzustellen.

Man fand durch einfache Spindelung eine Schwere von 20° Bé, welche nach der im Abschnitt „Salzsäure" befindlichen Tabelle einen Gehalt von 32,0 Gew.-Proz. HCl anzeigt.

Die Alkalität des Sirups betrug . . .	0,242 Proz. Kali,
davon sollen ihm verbleiben	0,050 „ „
mithin sind zu neutralisieren	0,192 Proz. Kali,

welche auf Grund obenstehender Berechnung nach dem Ansatz:

$$1{,}0 : 0{,}7722 = 0{,}192 : x,$$
$$x = 0{,}1483 \text{ HCl}$$

erfordern.

Nun enthalten 100 Gew.-Tle. der zu benutzenden Salzsäure 32,0 Gew.-Tle. HCl, mithin würden für den Bedarf von 0,1481 HCl:

$$32{,}0 : 100{,}0 = 0{,}1483 : x,$$
$$x = 0{,}463 \text{ Gew.-Tle. roher Salzsäure}$$

zur Neutralisation der Alkalität von 100 Gew.-Tln. Sirup erforderlich sein. Auf die Gesamtmenge von 5111,4 kg Sirup berechnen sich daher nach dem Ansatz:

$$100 : 0{,}463 = 5111{,}4 : x,$$
$$x = 23{,}66 \text{ kg roher Salzsäure von } 20^0 \text{ Bé}.$$

Selbstverständlich ist die Säure in sehr starker Verdünnung anzuwenden, am geeignetsten im Sirupsbehälter zuzusetzen und sorgfältigst mit dem Sirup zu mischen.

J. Bestimmung des Kalkgehaltes.

Bekanntlich wird den in den Säften enthaltenen Kalkverbindungen ein nachteiliger Einfluß auf das Verkochen und die Kristallisation zugeschrieben, und namentlich sind es die Kalksalze organischer Säuren, welche in dieser Beziehung den Betrieb erschweren. Eine gesonderte quantitative Bestimmung des an diese Säuren gebundenen Kalkes, unter Trennung von dem gleichzeitig vorhandenen, an anorganische Säuren und Zucker gebundenen ist nicht ausführbar, so daß man sich darauf beschränken muß, die Gesamtmenge des nach völliger Aussaturierung mit Kohlensäure in Lösung gebliebenen Kalkes zu bestimmen.

Die genaueste, aber bei einer schnellen Betriebskontrolle wegen der langen Dauer der Ausführung nicht wohl anwendbare Methode der Kalkbestimmung beruht auf der Fällung des Kalkes in Form seines oxalsauren Salzes. Man würde eine angemessene Menge Dicksaft, etwa 50 g, mit der doppelten Menge Wasser verdünnen und nach reichliche Zusatz von Essigsäure mit einer Lösung von oxalsaurem Ammon in der Siedhitze fällen können. Eine ausführliche Beschreibung der Methode befindet sich bei der Bestimmung des Kalkgehaltes im „Wasser" (Abschnitt III) angegeben.

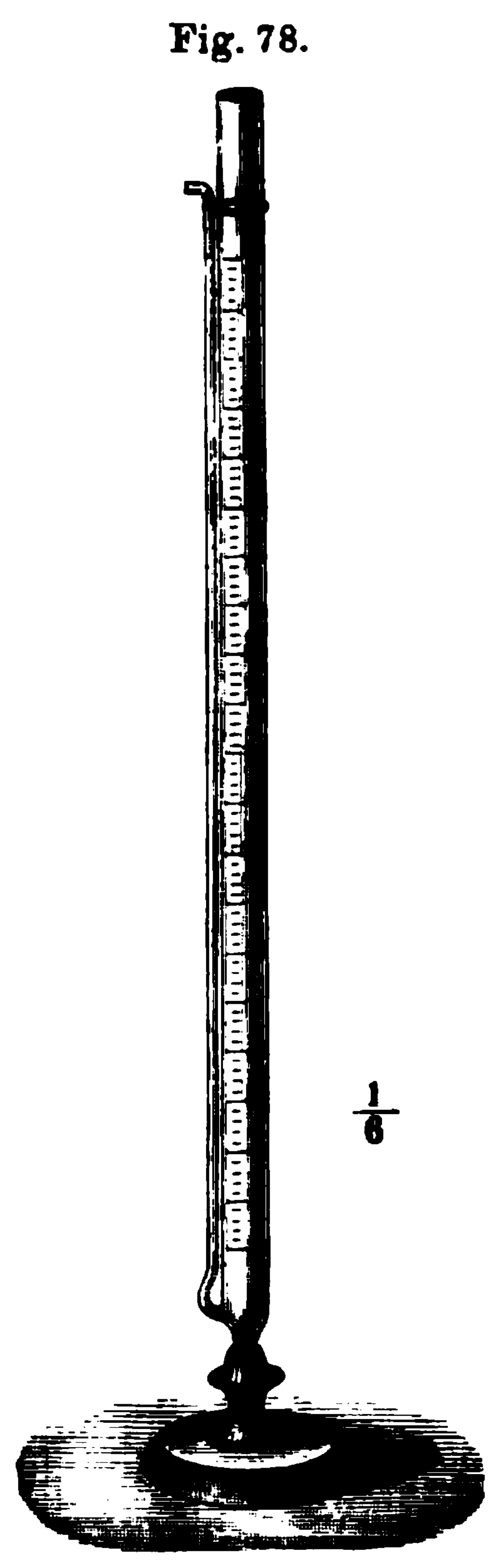
Eine andere, für diesen Zweck schon vor längerer Zeit von Pellet vorgeschlagene, später mehrfach bearbeitete Methode[1]), welche sich wegen ihrer schnellen und einfachen Ausführung sehr empfiehlt, benutzt zur Bestimmung der löslichen Kalksalze deren Fällbarkeit durch Seifenlösung in Form sogen. Kalkseifen. Man bedarf dazu einer alkoholischen Seifenlösung, deren Wirkungswert vermittelst einer Chlorbaryumlösung von bestimmtem Gehalte festgestellt wird. Die Bereitung beider Flüssigkeiten findet sich im Anhange beschrieben.

---

[1]) Pellet, Journ. d. fabr. d. sucre 17, 49; Wolf, Österr.-Ungar. Zeitschrift f. Zuckerindustrie 1892, S. 96; Müller, Deutsche Zuckerindustrie 1894, S. 40.

In eine mit eingeschliffenem Stopfen und einer Marke für 100 ccm Flüssigkeit versehene Standflasche von etwa 200 ccm Fassungsraum mißt man mit einer Pipette 40 ccm obiger Chlorbaryumlösung (gleichwertig mit 0,004 g Calciumoxyd) ab und verdünnt mit destilliertem Wasser bis zur Marke. Aus einer mit Seifenlösung bis zum Nullpunkt gefüllten Bürette von nachstehender Form (Fig. 78) läßt man sodann durch vorsichtiges Neigen einige Tropfen Seifenlösung in die Flasche einfließen, setzt den Stopfen auf und schüttelt kräftig durch.

Fig. 78.



Solange die Seifenlösung noch hinreichende Mengen von Chlorbaryum vorfindet, mit dem sie sich, unter Ausscheidung einer unlöslichen Barytseife, umsetzt, vermag sich beim Schütteln kein Seifenschaum zu bilden; erst wenn die Zersetzung sich nach wiederholtem Zutröpfeln kleiner Mengen von Seifenlösung ihrem Ende zuneigt, bleibt nach dem Schütteln auf der Oberfläche der Flüssigkeit eine anfangs großblasige, rasch vergehende Schaumdecke, bis endlich, nach völliger Zersetzung des vorhandenen Chlorbaryums, ein dichter, ganz feinblasiger Schaum nach dem Schütteln auf der Flüssigkeit stehen bleibt, der während eines Zeitraums von mindestens fünf Minuten nicht verschwinden darf und damit die Beendigung der Reaktion anzeigt.

Um bei häufigen Bestimmungen alle Umrechnungen und den Gebrauch von Tabellen zu vermeiden, stellt man zweckmäßig die Seifenlösung so ein, daß jeder verbrauchte Cubikcentimeter 0,001 g Calciumoxyd entspricht, so daß also auf die angewandten 40 ccm Chlorbaryumlösung genau 4,0 ccm Seifenlösung bis zur Bildung bleibenden Schaums gebraucht werden müssen.

Sind beispielsweise von der ursprünglichen Seifenlösung 1,6 ccm erforderlich gewesen, so würden je 1,6 ccm derselben auf 4,0 ccm zu verdünnen sein. Nach dem Ansatze:

$$4{,}0 : 1{,}6 = 1000 : x,$$
$$x = 400,$$

hätte man also 400 ccm der ursprünglichen Seifenlösung in einen Literkolben abzumessen und mit Alkohol von etwa 60 Vol.-Proz. bis zur Marke zu verdünnen. Mit dieser Lösung ist sodann die Titerstellung in oben beschriebener Weise genau zu wiederholen.

Zur Ausführung der Kalkbestimmung im Dicksaft mißt man 10 ccm desselben in die Schüttelflasche ab, verdünnt mit destilliertem

Wasser bis zur Marke und setzt allmählich, nach jedem Zusatze kräftig schüttelnd, so lange und tropfenweise Seifenlösung hinzu, bis die feinblasige, bleibende Schaumdecke sich einstellt.

Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Seifenlösung drückt ohne weitere Rechnung hundertstel Volumprozente Calciumoxyd aus.

Bei sehr geringem Kalkgehalte verwendet man 20, 30 oder 40 ccm Saft und hat das Ergebnis durch 2, 3 oder 4 zu dividieren, um ebenfalls sofort hundertstel Volumprozente zu erhalten.

Beispiel. 10 ccm Dicksaft, auf 100 ccm Flüssigkeit verdünnt, beanspruchten bis zur Bildung des bleibenden Schaumes 2,9 ccm Seifen-, lösung. Da 1,0 ccm derselben = 0,001 g Calciumoxyd, so entsprechen 2,9 ccm = 0,0029 g in 10 ccm Dicksaft, oder 0,029 Proz. Kalk (Calciumoxyd).

Nach Rümpler ist im allgemeinen anzunehmen, daß normale, d. h. mit einer ausreichenden Menge Kalk behandelte und mit Kohlensäure richtig aussaturierte Säfte sich gut verkochen, sobald der Gesamtgehalt des Dicksaftes an Kalk unter 0,10 Proz. (0,10 g in 100 ccm Saft) beträgt; je weniger, desto besser. Merklich schwerer schon kochen Dicksäfte mit 0,12 Proz. und darüber; bei 0,20 Proz. und darüber treten schon Betriebsstockungen ein, und Säfte von 0,25 Proz. Kalk müssen meist blank oder mit sehr wenig Korn abgelassen werden. Solche Säfte aber kommen nur bei unreifen, faulen oder sonst stark veränderten Rüben vor, oder wenn grobe Versehen bei der Saftgewinnung oder Saftreinigung stattgefunden haben[1]).

3. Dünnsäfte, Rübenrohsäfte.

A. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Zur Ermittelung des spezifischen Gewichtes sind die S. 67 u. f. angegebenen Methoden sämtlich anwendbar; je nach der geforderten Schnelligkeit und Genauigkeit und nach der Menge der zu untersuchenden Flüssigkeit wählt man die eine oder die andere Methode. Bei genauer Einhaltung der gegebenen Vorschriften sind die Ergebnisse bei allen gleichmäßig genau.

Bei frisch gewonnenem Rübensaft ist vorher eine Entluftung vorzunehmen, da derselbe fast ausnahmslos mit feinsten Luftbläschen vollständig durchsetzt ist. Man bewirkt die Entfernung derselben am schnellsten und einfachsten mittels der Wasserstrahlluftpumpe (S. 115). Eine dicht über dem Boden mit Ablaufhahn versehene Flasche füllt man zu drei Viertel ihres Raumes mit Saft und läßt alsdann durch An-

---

[1]) Rümpler, Deutsche Zuckerindustrie 1894, S. 44. Von anderer Seite wird weniger die Menge der organisch-sauren Kalksalze, als vielmehr die Natur derselben für die Ursache des verschiedenen Verhaltens beim Verkochen angesehen (Rydlewsky, Deutsche Zuckerindustrie 1894, S. 42).

stellen der Pumpe eine starke Luftverdünnung in dem leer gebliebenen Raume der Flasche eintreten (Fig. 79). Nach wenigen Minuten haben sich alle Luftbläschen als dichter Schaum an die Oberfläche gezogen, so daß nach dem Abstellen der Pumpe und Öffnen der Flasche der Saft luftfrei in den untergestellten Zylinder abgezogen werden kann.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Die Änderungen, welche bei der Untersuchung vorstehender und ähnlicher Flüssigkeiten von dem oben bei 2 B (S. 167) beschriebenen Verfahren sich notwendig machen, gründen sich auf den meist geringeren Zuckergehalt der betreffenden Substanzen sowie auf den Umstand, daß sich im allgemeinen Flüssigkeiten leichter und schneller messen als wägen lassen. Im übrigen kommt hier nur die Polarisationsmethode in Betracht.

Fig. 79.

Man kann auch hier die zuckerhaltigen Flüssigkeiten in den Normalgewichtsmengen zur Untersuchung bringen; da jedoch derartige Wägungen auf genauen Wagen umständlich und zeitraubend sind, so geht es in den meisten Fällen einfacher und schneller, wenn man unter Berücksichtigung des spezifischen Gewichtes die zur Untersuchung benötigten Quantitäten abmißt. Jene ist die sogen. Gewichtsmethode, diese die zumeist angewendete Maßmethode.

Gewichtsmethode. Bevorzugt man die Gewichtsmethode, so verfährt man genau, wie bei der Polarisation von Füllmassen und Dicksäften (S. 167) angegeben.

Sind die zu untersuchenden Substanzen zuckerarm, so wird man 2 × 26,0 g oder 3 × 26,0 g zu 100 ccm Flüssigkeit abwägen und muß

Tabelle XIII für die Substitutions

Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter
10,3 10,4 10,5 10,6 10,7	25,00	13,3 13,4 13,5 13,6 13,7	24,70	16,3 16,4 16,5 16,6 16,7	24,40	19,3 19,4 19,5 19,6 19,7	24,00	22,3 22,4 22,5 22,6 22,7	23,70	25,4 25,5 25,6 25,7 25,8	23,40	28,4 28,5 28,6 28,7 28,8	23,10
10,8 10,9 11,0 11,1 11,2	24,95	13,8 13,9 14,0 14,1 14,2	24,65	16,8 16,9 17,0 17,1 17,2	24,35	19,8 19,9 20,0 20,1 20,2	23,95	22,8 22,9 23,0 23,1 23,2 23,3	23,65	25,9 26,0 26,1 26,2 26,3	23,35	28,9 29,0 29,1 29,2 29,3	23,05
11,3 11,4 11,5 11,6 11,7	24,90	14,3 14,4 14,5 14,6 14,7	24,60	17,3 17,4 17,5 17,6 17,7	24,30	20,3 20,4 20,5 20,6 20,7	23,90	23,4 23,5 23,6 23,7 23,8	23,60	26,4 26,5 26,6 26,7 26,8	23,30	29,4 29,5 29,6 29,7 29,8 29,9	23,00
11,8 11,9 12,0 12,1 12,2	24,85	14,8 14,9 15,0 15,1 15,2	24,55	17,8 17,9 18,0 18,1 18,2	24,25	20,8 20,9 21,0 21,1 21,2	23,85	23,9 24,0 24,1 24,2 24,3	23,55	26,9 27,0 27,1 27,2 27,3	23,25	30,0 30,1 30,2 30,3 30,4	22,95
12,3 12,4 12,5 12,6 12,7	24,80	15,3 15,4 15,5 15,6 15,7	24,50	18,3 18,4 18,5 18,6 18,7	24,20	21,3 21,4 21,5 21,6 21,7	23,80	24,4 24,5 24,6 24,7 24,8	23,50	27,4 27,5 27,6 27,7 27,8	23,20	30,5 30,6 30,7 30,8 30,9	22,90
12,8 12,9 13,0 13,1 13,2	24,75	15,8 15,9 16,0 16,1 16,2	24,45	18,8 18,9 19,0 19,1 19,2	24,15	21,8 21,9 22,0 22,1 22,2	23,75	24,9 25,0 25,1 25,2 25,3	23,45	27,9 28,0 28,1 28,2 28,3	23,15	31,0 31,1 31,2 31,3 31,4	22,85

[1]) Deutsche Zuckerindustrie 1907, S. 709. Die ursprünglich von Plahn für von uns für 26,0 g und + 20° C umgerechnet worden.

pipette von Plahn[1]) bei + 20° C.

Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter	Brix	Cubik-centimeter
31,5 31,6 31,7 31,8 31,9	22,80	34,5 34,6 34,7 34,8 34,9	22,50	37,6 37,7 37,8 37,9 38,0 38,1	22,20	40,8 40,9 41,0 41,1 41,2	21,90	43,9 44,0 44,1 44,2 44,3	21,60	47,1 47,2 47,3 47,4 47,5	21,30
32,0 32,1 32,2 32,3 32,4	22,75	35,0 35,1 35,2 35,3 35,4 35,5	22,45	38,2 38,3 38,4 38,5 38,6	22,15	41,3 41,4 41,5 41,6 41,7	21,85	44,4 44,5 44,6 44,7 44,8	21,55	47,6 47,7 47,8 47,9 48,0	21,25
32,5 32,6 32,7 32,8 32,9	22,70	35,6 35,7 35,8 35,9 36,0	22,40	38,7 38,8 38,9 39,0 39,1	22,10	41,8 41,9 42,0 42,1 42,2	21,80	44,9 45,0 45,1 45,2 45,3 45,4	21,50	48,1 48,2 48,3 48,4 48,5	21,20
33,0 33,1 33,2 33,3 33,4	22,65	36,1 36,2 36,3 36,4 36,5	22,35	39,2 39,3 39,4 39,5 39,6	22,05	42,3 42,4 42,5 42,6 42,7	21,75	45,5 45,6 45,7 45,8 45,9	21,45	48,6 48,7 48,8 48,9 49,0 49,1	21,15
33,5 33,6 33,7 33,8 33,9	22,60	36,6 36,7 36,8 36,9 37,0	22,30	39,7 39,8 39,9 40,0 40,1	22,00	42,8 42,9 43,0 43,1 43,2	21,70	46,0 46,1 46,2 46,3 46,4	21,40	49,2 49,3 49,4 49,5 49,6	21,10
34,0 34,1 34,2 34,3 34,4	22,55	37,1 37,2 37,3 37,4 37,5	22,25	40,2 40,3 40,4 40,5 40,6 40,7	21,95	43,3 43,4 43,5 43,6 43,7 43,8	21,65	46,5 46,6 46,7 46,8 46,9 47,0	21,35	49,7 49,8 49,9 50,0	21,05

das frühere Normalgewicht von 26,048 g und für 17,5° C berechnete Tabelle ist

dann natürlich den schließlich erhaltenen Drehungsbetrag durch 2 oder 3 dividieren, um Prozente zu erhalten.

Eine andere Art der Bestimmung nach der Gewichtsmethode ist die mittels der Plahnschen Substitutionspipette, Fig. 80. Sie ermöglicht ein einfaches, dabei genaues und wenig Zeit beanspruchendes Arbeiten und ist auch bei zuckerreichen Säften verwendbar.

Fig. 80.

Plahn verwendet zwei Pipetten, für leichtere und für schwerere Flüssigkeiten, mit denen man bei einer Einteilung, die halbe Zehntel-Cubikcentimeter abzumessen gestattet, Saftmengen von 21,00 bis zu 25,00 ccm abmessen kann. Hat man die Brixgrade eines Saftes durch Spindeln festgestellt, so gibt die vorstehende Tabelle XIII an, welche Menge dieses Saftes dem Normalgewichte desselben entspricht. Man mißt nun mit der betreffenden Pipette diese Menge in einem 100-ccm-Kölbchen ab, spült mittels der Heberspritzflasche die der Pipette innen anhängenden Saftreste mit Wasser in den Kolben nach [1]), versetzt mit Bleiessig, füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt, filtriert und findet beim Polarisieren dann ohne weiteres die Prozente Zucker des untersuchten Saftes.

Beispiel. Sind die Grade Brix eines Saftes bei 20° C = 17,60 gefunden, so hat man nach der Tabelle 24,30 ccm Saft abzumessen. (Dem gefundenen Brixgrade entspricht nach Tabelle I, S. 87 eine Dichte bei 20° C von 1,07040. Es sind aber 24,30 ccm Saft von dieser Dichte 24,3 × 1,07040 = 26,01 g oder rund 26,0 g Saft, also die Normalgewichtsmenge.) Sind beim Polarisieren dann 14,6° abgelesen, so ist diese Zahl, wie ersichtlich, gleichbedeutend mit dem Zuckergehalt des untersuchten Saftes.

Maßmethode. Beim Gebrauch der Maßmethode bestimmt man zunächst das spezifische Gewicht der Flüssigkeit und füllt sodann ein trockenes oder mit der zu untersuchenden Flüssigkeit ausgespültes 50-ccm- oder ein 100-ccm-Kölbchen genau bis zur Marke mit derselben an.

War das Kölbchen vorher trocken und genau tariert, und wägt man es nach sorgfältigem Füllen wieder, so läßt sich die Bestimmung des spezifischen Gewichtes (nach S. 73) am einfachsten auf diese Weise mit der Zuckerbestimmung vereinigen.

---

[1]) Die gewöhnlichen Pipetten sind bekanntlich „auf Auslauf" justiert, d. h. sie lassen nach stattgehabter Füllung bis zur Marke genau soviel Cubikcentimeter auslaufen, wie auf der Pipette verzeichnet ist. Die dabei an den Innenwandungen der Pipette verbleibenden Flüssigkeitsreste bleiben unberücksichtigt. Bei den Substitutionspipetten hingegen ist, wegen der ver-

Ist zur Marke, unter Beihilfe von Äther behufs Beseitigung etwa vorhandener Luftblasen, genau eingestellt, die innere Wandung des Halses oberhalb der Marke mittels zusammengerollten Filtrierpapieres von anhängender Flüssigkeit gereinigt, so gibt man nunmehr $^1/_{10}$ des abgemessenen Volumens an Bleiessig hinzu, welcher die nötige Klärung bewirkt. Für diesen Bleiessigzusatz befindet sich an den hierzu bestimmten Kölbchen eine zweite Marke am Halse, für 5,0 ccm Zusatz bei den 50-ccm-Kölbchen, für 10,0 ccm bei den 100-ccm-Kölbchen. (Fig. 53, S. 126.)

Da durch diesen Zusatz das ursprüngliche Volumen um $^1/_{10}$ vermehrt, die Zuckerlösung also um diesen Betrag verdünnt wird, so muß man demnächst den am Polarimeter gefundenen Zahlenwert wieder um $^1/_{10}$ seines Betrages vergrößern, um den wahren Gehalt an Zucker zu finden. Glaubt man bei reineren Flüssigkeiten nicht ein ganzes Zehntel des Volumens an Bleiessig zur Fällung nötig zu haben, so setzt man nur den Bedarf hinzu und ergänzt den Rest durch destilliertes Wasser.

Auch bei dieser zweiten Marke ist genauestes Einstellen erforderlich; man schließt darauf das Kölbchen, schüttelt tüchtig durch und verfährt ganz, wie oben (S. 126 u. f.) gezeigt. Bei Untersuchungen von Rübensäften bleibt die mit Bleiessig versetzte und durchgemischte Flüssigkeit zweckmäßig mindestens 10 bis 15 Minuten stehen, ehe man sie filtriert; sehr häufig scheiden sich färbende Substanzen noch nachträglich im anfangs klaren Filtrate aus, wenn diese Vorsicht versäumt wurde.

Beispiel. 50 oder 100 ccm Saft sind mit $^1/_{10}$ Volumen Bleiessig geklärt, das Filtrat polarisiert 58,6° (deutsche Apparate).

Dieser Drehungsbetrag, um $^1/_{10}$ vergrößert, ist mit 0,26 zu multiplizieren:

$$\begin{array}{r} 58{,}6 \\ +\ 5{,}86 \\ \hline 64{,}46 \end{array} \times 0{,}26 = 16{,}76 \text{ Proz. Zucker}$$

in 100 Raumteilen Saft. (Volumprozente.)

Zur Umrechnung auf die Gewichtsprozente bedarf es noch einer Division der erhaltenen Zahl mit dem spezifischen Gewicht der untersuchten Flüssigkeit, welches hier nach irgend einer Methode = 1,0753 gefunden sei:

$$\frac{16{,}76}{1{,}0753} = 15{,}58 \text{ Gew.-Proz. Zucker.}$$

Um bei den im Fabrikbetriebe sich täglich wiederholenden Untersuchungen von Rübensäften und ähnlichen Fabrikationsprodukten die

schiedenen Dichten der zur Untersuchung gelangenden Flüssigkeiten, die Justierung derart, daß die Bezeichnung und Abmessung dem Gesamtinhalt entspricht, also nicht nur den freiwillig auslaufenden Anteilen, sondern einschließlich der in den Pipetten verbleibenden Reste. Diese müssen daher nachgespült werden.

Umrechnung der am Polarisationsinstrumente abgelesenen Grade zu vereinfachen und zu beschleunigen, sind für die verschiedenen Apparate Hilfstabellen berechnet worden, aus denen unter gleichzeitiger Hinzuziehung der bezüglichen spezifischen Gewichte der Zuckergehalt derartiger Flüssigkeiten ohne weiteres in Gewichtsprozenten ersehen werden kann.

Der Gebrauch dieser Tabellen bedingt die Anwendung der Maßmethode; man nimmt stets 50 oder 100 ccm Flüssigkeit zur Untersuchung und klärt dieselben durch Zusatz von $^1/_{10}$ Vol. Bleiessig.

Für die deutschen Apparate mit Ventzkescher Skala benutzt man ausschließlich die nachstehende, von Schmitz berechnete Tabelle, welche in ihren Angaben neben den beobachteten spezifischen Gewichten (Dichten) der zu untersuchenden Zuckerlösungen auch die Veränderlichkeit des Drehungsvermögens des Zuckers in Berücksichtigung zieht[1]).

Schmitz hat zwei Tabellen, mit und ohne Bleiessigzusatz berechnet; bei dem spärlichen Gebrauch der letzteren haben wir indessen geglaubt, die Wiedergabe derselben unterlassen zu können, und geben nachstehend nur die Polarisationstafel mit Bleiessigzusatz.

Die Berechnung mittels der nachstehenden Tabelle XIV, S. 214 u. f., ist leicht ersichtlich und äußerst einfach.

Hätte man z. B. bei einem Rübensaft die Dichte desselben $= 20{,}2^0$ Brix, nach der Klärung mit $^1/_{10}$ Vol. Bleiessig seine Drehung im Apparat $= 66{,}6^0$ ermittelt, so findet man den Zuckergehalt des Saftes auf S. 220 in der mit $20{,}0^0$ Brix, als der Zahl $20{,}2^0$ am nächsten stehend überschriebenen Spalte sowie in der für diese Dichtigkeit berechneten kleinen Zehnteltabelle nach folgendem Ansatz:

$$\begin{array}{rl} 66{,}0^0 = & 17{,}44 \\ 0{,}6^0 = & 0{,}16 \\ \hline & 17{,}60 \text{ Gew.-Proz. Zucker.} \end{array}$$

Bei sehr unreinen Flüssigkeiten sowie bei Säften sehr gehaltreicher, unreifer oder teilweise verdorbener Rüben genügt bisweilen der angegebene Zusatz von Bleiessig nicht zur gänzlichen Fällung. Man mißt in solchem Falle 50 ccm Saft mittels einer Pipette in einem Maßkolben ab, welcher eine Marke von 110 ccm trägt, setzt soviel Bleiessig hinzu, wie erforderlich, und füllt dann mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf. Der demnächst ermittelte Drehungsvertrag ist der Verdünnung wegen zu verdoppeln, worauf unter Berücksichtigung des vorher ermittelten spezifischen Gewichtes aus der Tabelle XIV der Prozentgehalt an Zucker abgelesen werden kann.

---

[1]) Zeitschrift 1880, S. 899 und 900.

C. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Dieselben Gründe, welche bei zuckerreichen Flüssigkeiten den Zusatz einer auflockernden und porös machenden Substanz zum Zwecke des Austrocknens veranlassen, kommen auch hier zur Geltung, wo gegen das Ende des Verfahrens eine zähe und klebrige Masse bleibt, welche ohne jene Auflockerung die letzten Anteile des Wassers hartnäckig zurückhalten würde.

Ein reichlicher Zusatz von ausgeglühtem, staubfreiem Quarzsande (etwa 50 g) führt auch hier schnell und sicher zum Ziele.

Man verfährt ganz ähnlich, wie unter 2 C, S. 184 angegeben; bringt in das mit Sand und Glasstäbchen gemeinschaftlich gewogene Schälchen mittels einer Pipette etwa 10 bis 12 ccm Flüssigkeit, wägt wieder, und zwar zur Vermeidung von Verdunstung unter tunlichster Beschleunigung, und verdampft zunächst den größten Teil des Wassers unter bisweiligem, vorsichtigem Umrühren auf dem Wasserbade. Sobald die Masse gleichmäßig krümlig geworden, erfolgt ein zweistündiges Vortrocknen bei etwa 70° C und dann das vollständige Austrocknen im Trockenschranke bei 105 bis 108° C. Die schließliche Wägung und Berechnung ist ganz wie oben.

Beispiel. Bei der Untersuchung des oben angeführten Rübensaftes sind folgende Zahlen erhalten:

Schälchen + Sand, Glasstab und Rübensaft	51,735 g,
Dasselbe ohne Rübensaft	41,505 g,
Rübensaft	10,230 g.

Nach völligem Austrocknen:

Schälchen vorher	51,735 g,
„ nachher	43,531 g,
Gewichtsverlust = Wasser	8,204 g.

$$10{,}230\,\text{g} : 8{,}204 = 100 : x,$$

$x =$ 80,2 Proz. Wasser, welche in dem Safte mithin
19,8 „ festen Rückstand (Trockensubstanz)
= 100,0 Proz.

berechnen lassen.

Da nach der obenstehenden Zuckerbestimmung von diesen 19,8 Proz. Trockensubstanz 17,6 Proz. auf Zucker entfallen, so ergibt der Unterschied zwischen diesen beiden Zahlen den Gesamtgehalt an Nichtzucker:

17,6 Proz. Zucker,
80,2 „ Wasser,
2,2 „ Nichtzucker,
100,0 Proz.

Tabelle XIV

zu den Apparaten mit Ventzkescher Skala für beobachtete Dichtigkeiten und mit

Mit $^{1}/_{10}$ Volumen

Proz. Brix von 0,5 bis 12,0		Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent								
Zehntel Grade	Prozent Zucker		0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5
			1,0019	1,0039	1,0058	1,0078	1,0098	1,0117	1,0137	1,0157	1,0177
0,1°	0,03	1°	0,29	0,29	0,29	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
0,2	0,06	2		0,57	0,57	0,57	0,57	0,56	0,56	0,56	0,56
0,3	0,08	3		0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,84	0,84
0,4	0,11	4			1,14	1,13	1,13	1,13	1,13	1,13	1,12
0,5	0,14	5			1,42	1,42	1,41	1,41	1,41	1,41	1,40
0,6	0,17	6				1,70	1,70	1,69	1,69	1,69	1,68
0,7	0,19	7				1,98	1,98	1,98	1,97	1,97	1,96
0,8	0,22	8					2,26	2,26	2,26	2,25	2,25
0,9	0,25	9						2,54	2,54	2,53	2,53
		10						2,82	2,82	2,81	2,81
		11							3,10	3,09	3,09
		12							3,38	3,38	3,37
		13								3,66	3,65
		14								3,94	3,93
Proz. Brix von 12,5 bis 20,0		15									4,21
		16									4,49
		17									
Zehntel Grade	Prozent Zucker	18									
		19									
		20									
0,1°	0,03	21									
0,2	0,05	22									
0,3	0,08	23									
0,4	0,11	24									
0,5	0,13	25									
0,6	0,16	26									
0,7	0,19	27									
0,8	0,21	28									
0,9	0,23	29									
		30									
		31									
		32									
		33									
		34									
		35									
		36									
		37									
		38									
		39									

von M. Schmitz

Berücksichtigung des veränderlichen spezifischen Drehungsvermögens des Zuckers.

Bleiessigzusatz.

sprechendes spezifisches Gewicht											Grade am Polari-meter
5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5	9,0	9,5	10,0	
1,0197	1,0217	1,0237	1,0258	1,0278	1,0298	1,0319	1,0339	1,0360	1,0381	1,0401	
0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	1°
0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	2
0,84	0,84	0,84	0,84	0,88	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,82	3
1,12	1,12	1,12	1,11	1,11	1,11	1,11	1,11	1,10	1,10	1,10	4
1,40	1,40	1,40	1,39	1,39	1,39	1,38	1,38	1,38	1,38	1,37	5
1,68	1,68	1,67	1,67	1,67	1,66	1,66	1,66	1,66	1,65	1,65	6
1,96	1,96	1,95	1,95	1,95	1,94	1,94	1,93	1,98	1,93	1,92	7
2,24	2,24	2,23	2,23	2,22	2,22	2,22	2,21	2,21	2,20	2,20	8
2,52	2,52	2,51	2,51	2,50	2,50	2,49	2,49	2,48	2,48	2,47	9
2,80	2,80	2,79	2,79	2,78	2,78	2,77	2,76	2,76	2,75	2,75	10
3,08	3,08	3,07	3,06	8,06	3,05	3,05	3,04	3,03	3,08	8,02	11
3,36	8,36	3,35	3,34	3,34	3,33	3,32	3,32	3,31	3,30	3,30	12
3,64	3,64	3,63	3,62	8,61	3,61	3,60	3,59	3,59	3,58	3,57	13
3,92	3,92	3,91	3,90	3,89	3,88	8,88	3,87	3,86	3,85	8,85	14
4,20	4,19	4,19	4,18	4,17	4,16	4,15	4,15	4,14	4,18	4,12	15
4,48	4,47	4,47	4,46	4,45	4,44	4,43	4,42	4,41	4,40	4,40	16
4,77	4,76	4,75	4,74	4,78	4,72	4,71	4,70	4,69	4,68	4,67	17
	5,03	5,02	5,01	5,00	4,99	4,99	4,97	4,97	4,96	4,95	18
	5,32	5,51	5,29	5,28	5,27	5,26	5,25	5,24	5,23	5,22	19
		5,58	5,57	5,56	5,55	5,54	5,53	5,52	5,51	5,50	20
		5,86	5,85	5,84	5,83	5,82	5,81	5,79	5,78	5,77	21
			6,13	6,12	6,11	6.09	6,08	6,07	6,06	6,05	22
			6,41	6,40	6,38	6,37	6,36	6,35	6,33	6,32	23
				6,67	6,66	6,65	6,64	6,62	6,61	6,60	24
					6,94	6,98	6,91	6,90	6,89	6,87	25
					7,22	7,20	7,19	7,17	7,16	7,15	26
						7,48	7,46	7,45	7,44	7,42	27
						7,76	7,74	7,73	7,71	7,70	28
							8,02	8,00	7,99	7,97	29
								8,28	8,26	8,25	30
								8,55	8,54	8,52	31
								8,83	8,81	8,80	32
									9,09	9,07	33
										9,35	34
										9,62	35
											36
											37
											38
											39

Tabelle XIV

(Fort

Mit $^{1}/_{10}$ Volumen

Proz. Brix von 0,5 bis 12,0	
Zehntel Grade	Prozent Zucker
0,1°	0,03
0,2	0,06
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,14
0,6	0,17
0,7	0,19
0,8	0,22
0,9	0,25

Proz. Brix von 12,5 bis 20,0	
Zehntel Grade	Prozent Zucker
0,1°	0,03
0,2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,13
0,6	0,16
0,7	0,19
0,8	0,21
0,9	0,24

Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent								
	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0	14,5
	1,0422	1,0443	1,0464	1,0485	1,0506	1,0528	1,0549	1,0570	1,0592
1°	0,28	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27
2	0,55	0,55	0,55	0,55	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54
3	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82	0,81	0,81	0,81	0,81
4	1,10	1,10	1,09	1,09	1,09	1,09	1,08	1,08	1,08
5	1,37	1,37	1,36	1,36	1,36	1,36	1,35	1,35	1,35
6	1,64	1,64	1,64	1,64	1,63	1,63	1,62	1,62	1,62
7	1,92	1,91	1,91	1,91	1,90	1,90	1,89	1,89	1,89
8	2,19	2,19	2,18	2,18	2,18	2,17	2,17	2,16	2,16
9	2,47	2,46	2,46	2,45	2,45	2,44	2,44	2,43	2,43
10	2,74	2,74	2,73	2,73	2,72	2,71	2,71	2,70	2,70
11	3,02	3,01	3,00	3,00	2,99	2,99	2,98	2,97	2,97
12	3,29	3,28	3,28	3,27	3,26	3,26	3,25	3,24	3,24
13	3,56	3,56	3,55	3,54	3,54	3,53	3,52	3,51	3,51
14	3,84	3,83	3,82	3,82	3,81	3,80	3,79	3,78	3,78
15	4,11	4,11	4,10	4,09	4,08	4,07	4,06	4,06	4,05
16	4,39	4,38	4,37	4,36	4,35	4,34	4,33	4,33	4,32
17	4,66	4,65	4,64	4,63	4,62	4,62	4,61	4,60	4,59
18	4,93	4,93	4,91	4,91	4,90	4,89	4,88	4,87	4,86
19	5,21	5,20	5,19	5,18	5,17	5,16	5,15	5,14	5,13
20	5,49	5,84	5,46	5,45	5,44	5,43	5,42	5,41	5,40
21	5,76	5,12	5,74	5,73	5,71	5,70	5,69	5,68	5,67
22	6,03	6,39	6,01	6,00	5,99	5,97	5,96	5,95	5,94
23	6,31	6,66	6,28	6,27	6,26	6,24	6,23	6,22	6,21
24	6,58	6,94	6,56	6,54	6,53	6,52	6,50	6,49	6,48
25	6,86	6,47	6,83	6,82	6,80	6,79	6,78	6,76	6,75
26	7,13	7,75	7,10	7,09	7,07	7,06	7,05	7,03	7,02
27	7,41	7,02	7,38	7,36	7,35	7,33	7,32	7,30	7,29
28	7,68	7,30	7,65	7,63	7,62	7,60	7,59	7,57	7,56
29	7,96	7,57	7,92	7,91	7,89	7,87	7,86	7,84	7,83
30	8,23	8,21	8,20	8,18	8,16	8,15	8,13	8,11	8,10
31	8,50	8,49	8,47	8,45	8,44	8,42	8,40	8,39	8,37
32	8,78	8,76	8,74	8,73	8,71	8,69	8,67	8,66	8,64
33	9,05	9,03	9,02	9,00	8,98	8,96	8,94	8,93	8,91
34	9,33	9,31	9,29	9,27	9,25	9,23	9,22	9,20	9,18
35	9,60	9,58	9,56	9,54	9,53	9,51	9,49	9,47	9,45
36	9,88	9,86	9,84	9,82	9,80	9,78	9,76	9,74	9,72
37	10,15	10,13	10,11	10,09	10,07	10,05	10,03	10,01	9,99
38		10,40	10,38	10,36	10,34	10,32	10,30	10,28	10,26
39		10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,57	10,55	10,53

von M. Schmitz.

setzung.)

Bleiessigzusatz.

sprechendes spezifisches Gewicht											Grade am Polari- meter
15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5	20,0	
1,0613	1,0635	1,0657	1,0678	1,0700	1,0722	1,0744	1,0766	1,0788	1,0811	1,0833	
0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,26	1°
0,54	0,54	0,54	0,54	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	2
0,81	0,81	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79	3
1,08	1,08	1,07	1,07	1,07	1,07	1,06	1,06	1,06	1,06	1,06	4
1,35	1,34	1,34	1,34	1,34	1,33	1,33	1,33	1,32	1,32	1,32	5
1,62	1,61	1,61	1,61	1,60	1,60	1,60	1,59	1,59	1,59	1,58	6
1,88	1,88	1,88	1,87	1,87	1,86	1,86	1,86	1,85	1,85	1,85	7
2,15	2,15	2,15	2,14	2,14	2,13	2,13	2,12	2,12	2,12	2,11	8
2,42	2,42	2,41	2,41	2,40	2,40	2,39	2,39	2,38	2,38	2,37	9
2,69	2,69	2,68	2,68	2,67	2,67	2,66	2,65	2,65	2,64	2,64	10
2,96	2,95	2,95	2,94	2,94	2,93	2,92	2,92	2,91	2,91	2,90	11
3,23	3,22	3,22	3,21	3,20	3,20	3,19	3,18	3,18	3,17	3,17	12
3,50	3,49	3,49	3,48	3,47	3,46	3,46	3,45	3,44	3,44	3,43	13
3,77	3,76	3,75	3,75	3,74	3,73	3,72	3,72	3,71	3,70	3,69	14
4,04	4,03	4,02	4,02	4,01	4,00	3,99	3,98	3,97	3,97	3,96	15
4,31	4,30	4,29	4,28	4,27	4,26	4,26	4,25	4,24	4,23	4,22	16
4,58	4,57	4,56	4,55	4,54	4,53	4,52	4,51	4,50	4,49	4,48	17
4,85	4,84	4,83	4,82	4,81	4,80	4,79	4,78	4,77	4,76	4,75	18
5,12	5,11	5,10	5,09	5,08	5,06	5,05	5,04	5,03	5,02	5,01	19
5,39	5,38	5,36	5,35	5,34	5,33	5,32	5,31	5,30	5,29	5,28	20
5,66	5,65	5,63	5,62	5,61	5,60	5,59	5,58	5,56	5,55	5,54	21
5,93	5,91	5,90	5,89	5,88	5,87	5,85	5,84	5,83	5,82	5,80	22
6,20	6,18	6,17	6,16	6,14	6,13	6,12	6,11	6,09	6,08	6,07	23
6,46	6,45	6,44	6,43	6,41	6,40	6,39	6,37	6,36	6,35	6,33	24
6,73	6,72	6,71	6,69	6,68	6,67	6,65	6,64	6,63	6,61	6,60	25
7,00	6,99	6,97	6,96	6,95	6,93	6,92	6,90	6,89	6,88	6,86	26
7,27	7,26	7,24	7,23	7,21	7,20	7,18	7,17	7,15	7,14	7,13	27
7,54	7,53	7,51	7,50	7,48	7,47	7,45	7,44	7,42	7,40	7,39	28
7,81	7,80	7,78	7,77	7,75	7,73	7,72	7,70	7,68	7,67	7,65	29
8,08	8,06	8,05	8,03	8,02	8,00	7,98	7,97	7,95	7,93	7,92	30
8,35	8,33	8,32	8,30	8,28	8,27	8,25	8,23	8,21	8,20	8,18	31
8,62	8,60	8,58	8.57	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,46	8,45	32
8,89	8,87	8,85	8,84	8,82	8,80	8,78	8,76	8,75	8,73	8,71	33
9,16	9,14	9,12	9,10	9,09	9,07	9,05	9,03	9,01	8,99	8,97	34
9,43	9,41	9,39	9,37	9,35	9,34	9.31	9,30	9,28	9,26	9,24	35
9,70	9,68	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	36
9,97	9,95	9,93	9,91	9,89	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	37
10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11	10,09	10,07	10,05	10,03	38
10,51	10,49	10,46	10,44	10,42	10,40	10,38	10,36	10,34	10,32	10,29	39

Tabelle XIV
(Fort
Mit ¹/₁₀ Volumen

Prozent Brix von 11,5 bis 22,5: Zehntel Grade	Prozent Zucker	Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent: 11,5 (1,0464)	12,0 (1,0485)	12,5 (1,0506)	13,0 (1,0528)	13,5 (1,0549)	14,0 (1,0578)
		40°	10,93	10,91	10,89	10,86	10,84	10,82
0,1°	0,03	41		11,18	11,16	11,14	11,12	11,09
0,2	0,05	42		11,46	11,43	11,41	11,39	11,36
0,3	0,08	43			11,71	11,68	11,66	11,64
0,4	0,11	44			11,98	11,95	11,93	11,91
0,5	0,13	45			12,25	12,23	12,20	12,18
0,6	0,16	46				12,50	12,47	12,45
0,7	0,19	47					12,74	12,72
0,8	0,21	48					13,02	12,99
0,9	0,24	49						13,26
		50						
		51						
		52						
		53						
		54						
Prozent Brix von 23,0 bis 24,0		55						
		56						
		57						
Zehntel Grade	Prozent Zucker	58						
		59						
		60						
0,1°	0,03	61						
0,2	0,05	62						
0,3	0,08	63						
0,4	0,10	64						
0,5	0,13	65						
0,6	0,16	66						
0,7	0,18	67						
0,8	0,21	68						
0,9	0,23	69						
		70						
		71						
		72						
		73						
		74						
		75						
		76						
		77						
		78						
		79						
		80						

on M. Schmitz.

etzung.)

leiessigzusatz.

prechendes spezifisches Gewicht							Grade am Polarimeter
14,5	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	
1,0592	1,0613	1,0635	1,0657	1,0678	1,0700	1,0722	
10,80	10,78	10,76	10,73	10,71	10,69	10,67	40°
11,07	11,05	11,03	11,00	10,98	10,96	10,94	41
11,34	11,32	11,29	11,27	11,25	11,23	11,20	42
11,61	11,59	11,56	11,54	11,52	11,49	11,47	43
11,88	11,86	11,83	11,81	11,79	11,76	11,74	44
12,15	12,13	12,10	12,08	12,05	12,03	12,01	45
12,42	12,40	12,37	12,35	12,32	12,30	12,27	46
12,69	12,67	12,64	12,61	12,59	12,56	12,54	47
12,97	12,94	12,91	12,88	12,86	12,83	12,81	48
13,23	13,21	13,18	13,15	13,13	13,10	13,07	49
13,50	13,48	13,45	13,42	13,40	13,37	13,34	50
13,78	13,75	13,72	13,69	13,66	13,64	13,61	51
	14,02	13,99	13,96	13,93	13,90	13,88	52
	14,29	14,26	14,23	14,20	14,17	14,14	53
		14,53	14,50	14,47	14,44	14,41	54
		14,80	14,77	14,74	14,71	14,68	55
			15,03	15,00	14,97	14,94	56
			15,30	15,27	15,24	15,21	57
			15,57	15,54	15,51	15,48	58
				15,81	15,78	15,75	59
					16,05	16,01	60
					16,31	16,28	61
						16,55	62
						16,82	63
							64
							65
							66
							67
							68
							69
							70
							71
							72
							73
							74
							75
							76
							77
							78
							79
							80

Tabelle XIV

(Fort

Mit $^1/_{10}$ Volumen

Prozent Brix von 11,5 bis 22,5		Grade am Polari-meter	Prozente Brix und ent					
Zehntel Grade	Prozent Zucker		18,0 1,0744	18,5 1,0766	19,0 1,0788	19,5 1,0811	20,0 1,0838	20,5 1,0855
		40°	10,64	10,62	10,60	10,58	10,56	10,54
0,1°	0,03	41	10,91	10,89	10,87	10,85	10,82	10,80
0,2	0,05	42	11,18	11.16	11,13	11,11	11,09	11,07
0,3	0,08	43	11,45	11,42	11,40	11,38	11,35	11,33
0,4	0,11	44	11,71	11,69	11,66	11,64	11,62	11,59
0,5	0,13	45	11,98	11,96	11,93	11,91	11,88	11,54
0,6	0,16	46	12,25	12,22	12,20	12,17	12,15	12,80
0,7	0,19	47	12,51	12,49	12,46	12,44	12,41	12,07
0,8	0,21	48	12,78	12,75	12,73	12,70	12,67	12,33
0,9	0,24	49	13,05	13,02	12,99	12,97	12,94	12,59
		50	13,31	13,29	13,26	13,23	13,20	13,86
		51	13,58	13,55	13,52	13,50	13,47	13,12
		52	13,85	13,82	13,79	13,76	13,73	13,39
		53	14,11	14,08	14,05	14,03	14,00	14,65
		54	14,38	14,35	14,32	14,29	14,26	14,91
Prozent Brix von 23,0 bis 24,0		55	14,65	14,62	14,59	14,56	14,53	14,50
		56	14,91	14,88	14,85	14,82	14,79	14,76
		57	15,18	15,15	15,12	15,09	15,06	15,02
Zehntel Grade	Prozent Zucker	58	15,45	15,42	15,38	15,35	15,32	15,29
		59	15,71	15,68	15,65	15,62	15,58	15,55
		60	15,98	15,95	15,92	15,88	15,85	15,82
0,1°	0,03	61	16,25	16,21	16,18	16,15	16,11	16,08
0,2	0,05	62	16,52	16,48	16,45	16,41	16,38	16,35
0,3	0,08	63	16,78	16,75	16,71	16,68	16,64	16,61
0,4	0,10	64	17,03	17,01	16,98	16,94	16,91	16,87
0,5	0,13	65	17,32	17,28	17,24	17,21	17,17	17,14
0,6	0,16	66		17,55	17,51	17,47	17,44	17,40
0,7	0,18	67		17,81	17,78	17,74	17,70	17,67
0,8	0,21	68			18,04	18,00	17,97	17,93
0,9	0,23	69			18,31	18,27	18,23	18,19
		70				18,53	18,50	18,46
		71					18,76	18,72
		72					19,03	18,99
		73						19,25
		74						19,52
		75						19,78
		76						
		77						
		78						
		79						
		80						

von M. Schmitz.

setzung.)

Bleiessigzusatz.

sprechendes spezifisches Gewicht							Grade am Polarimeter
21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	
1,0878	1,0900	1,0923	1,0946	1,0969	1,0992	1,1015	
10,52	10,49	10,47	10,45	10,43	10,41	10,38	40°
10,78	10,76	10,74	10,71	10,69	10,67	10,65	41
11,04	11,02	11,00	10,97	10,95	10,93	10,90	42
11,31	11,28	11,26	11,24	11,21	11,19	11,17	43
11,57	11,55	11,52	11,50	11,47	11,45	11,42	44
11,83	11,81	11,78	11,76	11,73	11,71	11,69	45
12,09	12,07	12,05	12,02	12,00	11,97	11,94	46
12,36	12,33	12,31	12,28	12,26	12,23	12,21	47
12,62	12,60	12,57	12,54	12,52	12,49	12,47	48
12,88	12,86	12,83	12,81	12,78	12,75	12,73	49
13,15	13,12	13,09	13,07	13,04	13,01	12,99	50
13,41	13,39	13,36	13,33	13,30	13,27	13,25	51
13,68	13,65	13,62	15,59	13,56	13,53	13,51	52
13,94	13,91	13,88	13,85	13,82	13,79	13,77	53
14,20	14,17	14,14	14,11	14,08	14,06	14,02	54
14,47	14,44	14,41	14,38	14,35	14,32	14,29	55
14,73	14,70	14,67	14,64	14,61	14,58	14,55	56
14,99	14,96	14,93	14,90	14,87	14,84	14,81	57
15,26	15,23	15,19	15,16	15,13	15,10	15,07	58
15,52	15,49	15,46	15,42	15,39	15,36	15,33	59
15,78	15,75	15,72	15,69	15,65	15,62	15,59	60
16,05	16,01	15,98	15,95	15,91	15,88	15,85	61
16,31	16,28	16,24	16,21	16,18	16,14	16,11	62
16,57	16,54	16,51	16,47	16,44	16,40	16,37	63
16,84	16,80	16,77	16,73	16,70	16,66	16,63	64
17,10	17,07	17,03	17,00	16,96	16,92	16,89	65
17,37	17,33	17,29	17,26	17,22	17,19	17,15	66
17,63	17,59	17,56	17,52	17,48	17,45	17,41	67
17,89	17,86	17,82	17,78	17,74	17,71	17,67	68
18,16	18,12	18,08	18,04	18,00	17,97	17,93	69
18,42	18,38	18,35	18,31	18,27	18,23	18,19	70
18,68	18,65	18,61	18,57	18,53	18,49	18,45	71
18,95	18,91	18,87	18,83	18,79	18,75	18,71	72
19,21	19,17	19,13	19,09	19,05	19,01	18,97	73
19,48	19,44	19,40	19,35	19,31	19,27	19,23	74
19,74	19,70	19,66	19,62	19,57	19,53	19,49	75
20,00	19,96	19,92	19,88	19,84	19,80	19,75	76
20,27	20,22	20,18	20,14	20,10	20,06	20,01	77
	20,49	20,45	20,40	20,36	20,32	20,27	78
	20,75	20,71	20,66	20,62	20,58	20,54	79
		20,97	20,93	20,88	20,54	20,80	80

Über die Bestimmung des Wassergehaltes mit dem Abbeschen Refraktometer siehe S. 186.

Berechnung des Reinheitsquotienten (s. S. 196). Wertzahl. Unter Heranziehung der vorstehenden Zahlen würde sich für den untersuchten Rübensaft berechnen:

$$19{,}8 \text{ (Trockensubstanz)} : 17{,}6 \text{ (Zucker)} = 100 : x,$$

der wirkliche Quotient x zu 88,9; legt man dagegen die Angabe der Brixspindel = 20,2° (S. 212) als Zahl für Trockensubstanz zugrunde, so erhält man

$$20{,}2 : 17{,}6 = 100 : x,$$

den scheinbaren Quotienten $x = 87{,}1$.

Selbstverständlich ist die erstere Zahl die richtige, die letztere indessen, weil schneller zu ermitteln, die in der Praxis am meisten benutzte. Es ist einleuchtend, daß ein Saft um so besser sein muß, je größer sein Quotient oder seine „Reinheit".

Multipliziert man die für den Zuckergehalt eines Saftes gefundene Zahl mit dem Betrage seines Quotienten und dividiert (lediglich zur Verkleinerung der Zahl) durch 100, so erhält man die sogen. Wertzahl, und zwar, je nachdem man die Zahl für den wirklichen oder den scheinbaren Quotienten benutzte, eine scheinbare oder eine wirkliche Wertzahl[1]).

Dem oben als Beispiel benutzten Rübensaft von 17,6 Proz. Zuckergehalt, 87,1 scheinbarem und 88,9 wirklichem Quotienten würde demnach eine scheinbare Wertzahl zukommen von

$$\frac{17{,}6 \times 87{,}1}{100} = 15{,}32,$$

eine wirkliche Wertzahl von

$$\frac{17{,}6 \times 88{,}9}{100} = 15{,}64.$$

Wenn eine Fabrik nach den durch eigene Erfahrungen gewonnenen Vergleichen festgestellt hat, welche Ausbeute sie aus Rüben von bestimmter Wertzahl erzielen konnte, so ist ihr durch die Ermittelung solcher Zahlen die Möglichkeit gegeben, die Ausbeute und die Verarbeitungswürdigkeit beliebiger Rüben annähernd vorher schätzen und beurteilen zu können.

D. Bestimmung des Aschegehaltes.

Man ermittelt den Aschegehalt auch hier zumeist unter Zuhilfenahme der konzentrierten Schwefelsäure (S. 142). Die Methode erleidet nur die durch den größeren Wassergehalt der in Frage stehenden Stoffe

---

[1]) Stammer, Lehrbuch der Zuckerfabrikation, II. Aufl., S. 143. Die „Wertzahl" wird in der Praxis nur noch sehr spärlich benutzt.

bedingte Abänderung, daß man zunächst auf dem Wasserbade (siehe Fig. 66, S. 142) den größten Teil des Wassers verdampft und dann erst, nach Zufügung einiger Tropfen konzentrierter Schwefelsäure, durch stärkeres Erhitzen Verkohlung und darauf in der Muffel vollständige Veraschung bewirkt.

Die anzuwendende Menge hängt von der Beschaffenheit des zu untersuchenden Stoffes ab; mit 10 bis 20 g reicht man in den meisten Fällen aus. Sind die Flüssigkeiten sehr dünnflüssig, mithin wenig am Glase anhängend, so kann man sie auch wohl unter späterer Berücksichtigung des spezifischen Gewichtes, anstatt zu wägen, mit der Pipette abmessen; ist das nicht der Fall, so kommt man richtiger und unter Ersparung der Umrechnung auf Gewichtsverhältnisse zum Ziele, wenn man wägt.

Faßt das Platinschälchen die ganze erforderliche Menge nicht mit einem Male, so bringt man die in einem Gläschen abgewogene Substanz allmählich zur Verdampfung. Die letzten dem Gläschen anhängenden Reste müssen natürlich mit destilliertem Wasser nachgespült werden.

Beispiel. Von dem mehrerwähnten Rübensaft wurden abgewogen:

Schälchen + Rübensaft	22,7664 g,
Schälchen	12,5634 g,
Rübensaft	10,2030 g.

Nach völligem Weißbrennen in der Muffel wog:

Schälchen mit Asche .	12,6195 g,
Schälchen	12,5634 g,
	0,0561 g,
abzüglich $^1/_{10}$ des Gewichtes	— 0,0056 g,
Asche	0,0505 g.

$$10{,}2030 : 0{,}0505 = 100 : x,$$
$$x = 0{,}49 \text{ Proz. Asche.}$$

Es ergibt sich danach die Zusammensetzung des Rübensaftes wie nachstehend:

17,60	Proz.	Zucker,
80,20	„	Wasser,
0,49	„	Asche,
1,71	„	organischer Nichtzucker,
100,00	Proz.	

Soll die „Schwefelsäuremethode“ vermieden werden, so wird der Saft eingedampft, verkohlt, mit Wasser ausgezogen und genau nach der auf S. 141 beschriebenen Methode weiter behandelt.

E. Die Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Zu einer Bestimmung von Invertzucker in den stets alkalisch gehaltenen Dünnsäften der Rübenzuckerfabriken liegt keine Veranlassung

vor, dagegen zeigt der Rohsaft (Diffusionssaft), namentlich ein solcher, welcher aus Rüben gewonnen ist, die unter ungünstigen Witterungsverhältnissen gewachsen oder in den Mieten bereits angegriffen worden sind, nicht selten eine mehr oder weniger starke reduzierende Wirkung auf Fehlingsche Lösung. Dieselbe wird im wesentlichen auf stattgehabte Veränderung des Rohrzuckers zu Invertzucker zurückzuführen sein, und bei der quantitativen Bestimmung wird man, in der Unkenntnis über etwaige andere, an der Zersetzung der Kupferlösung sich beteiligende Stoffe, eine auftretende Reduktion auf Invertzucker allein beziehen und als solchen berechnen müssen.

Die Bestimmung selbst ist für den Fabrikbetrieb nicht unwichtig, man führt sie am besten nach einer von Claassen ausgearbeiteten Vorschrift mittels der S. 120 beschriebenen Titriermethode aus [1]).

Man bedarf dazu einer reinen Zuckerlösung, welche in 50 ccm 1 g Rohrzucker enthält (10 g reinen Zucker mit Wasser zu 500 ccm Flüssigkeit gelöst) und einer 0,2 proz. Invertzuckerlösung, welche man erhält, wenn man 10 ccm der nach S. 105 invertierten Rohrzuckerlösung (9,5 g auf 100 ccm Flüssigkeit) zu 500 ccm Flüssigkeit verdünnt; 1,0 ccm derselben enthält dann 0,002 g Invertzucker.

Zur Titerstellung der Fehlingschen Lösung mißt man in einem Becherkolben von 250 ccm Fassungsraum 10 ccm derselben (5,0 ccm Lösung „F I" und 5,0 ccm Lösung „F II") genau ab, setzt 50 ccm der reinen Zuckerlösung (= 1,0 g Zucker, entsprechend dem ungefähren Zuckergehalt von 10 ccm Diffusionssaft, welche demnächst zur Untersuchung verwendet werden) hinzu, erhitzt zum Kochen, titriert mit der 0,2 proz. Invertzuckerlösung, genau wie S. 120 angegeben, und stellt durch sorgfältige Wiederholung den Verbrauch an Invertzuckerlösung genau fest.

Von dem zu untersuchenden Diffusionssafte fällt man 100 ccm mit 10 ccm Bleiessig in bekannter Weise und filtriert, oder man verwendet, wenn vorhanden, den gleichartigen Rest der zur Polarisation benutzten Flüssigkeit.

55 ccm dieses Filtrates = 50 ccm des ursprünglichen Diffusionssaftes werden in einem 250-ccm-Kolben abgemessen und mit so viel einer Lösung von kohlensaurem Natron versetzt, bis alles Blei ausgefällt ist. Dann wird zur Marke aufgefüllt, gemischt und filtriert. 50 ccm dieses Filtrates = 10,0 ccm des ursprünglichen Saftes werden zu 10 ccm frisch gemischter Fehlingscher Lösung in den Becherkolben gebracht, zwei Minuten lang in vorgeschriebener Weise gekocht und dann mit der Invertzuckerlösung in gleicher Weise wie oben titriert.

Enthielt der geprüfte Saft Invertzucker, so war durch denselben ein gewisser Anteil der Fehlingschen Lösung reduziert worden, und demgemäß muß bei der nachfolgenden Titration der Verbrauch an titrierter Invertzuckerlösung ein entsprechend geringerer sein.

---

[1]) Claassen, Deutsche Zuckerindustrie 1891, S. 294; 1893, S. 338.

Eine einfache Berechnung läßt aus den gewonnenen Zahlen den Gehalt an Invertzucker im Saft leicht finden.

Beispiel. Es bedurften 10 ccm Fehlingscher Lösung bei der Titerstellung bis zur völligen, durch die Prüfung mit Blutlaugensalz angezeigten Reduktion 21,9 ccm der Invertzuckerlösung, von welcher 1,0 ccm = 0,002 *g* Invertzucker enthielt.

Die Titration des wie vorgeschrieben behandelten Diffusionssaftes (= 10 ccm Saft) erforderte 15,7 ccm.

Mithin sind 21,9 — 15,7 = 6,2 ccm Invertzuckerlösung weniger verbraucht, also 6,2 × 0,002 = 0,0134 *g* Invertzucker in der untersuchten Saftmenge vorhanden gewesen. Der Prozentgehalt im Diffusionssaft beträgt demnach das Zehnfache = 0,124 Proz.

F. Bestimmung der Farbe.

Die Ausführung dieser Untersuchung s. unter 1 F, S. 154, und 2 G, S. 201.

Bei sehr hellen Flüssigkeiten nimmt man anstatt des Normalfarbeglases, welches bekanntlich aus zwei gleich gefärbten Glasscheiben gebildet wird, nur eine derselben und verdoppelt infolgedessen die abgelesene Millimeterzahl.

Auch hier bezieht man am besten die gefundenen Zahlen auf 100 Gew.-Tle. reinen Zuckers, indem man zugleich die Zuckerbestimmung der betreffenden Flüssigkeit ausführt.

Man kann indessen die Farbe auch auf die Aräometeranzeige der geprüften Flüssigkeit beziehen, muß dann aber bei Bestimmungen, welche miteinander verglichen werden sollen, stets gleiche spezifische Gewichte und gleiche Temperaturen einhalten, bzw. die betreffenden Lösungen auf dieselben bringen.

Welche Art der Berechnung man übrigens auch wählt, immer ist es erforderlich, um die gewonnenen Zahlen für alle Fälle vergleichbar zu machen, der Zahlenangabe hinzuzufügen, ob sich dieselbe auf 100 Gew.-Tle. reinen Zucker oder auf eine und welche Aräometeranzeige bezieht.

G. Bestimmung der Alkalität.

Dieselbe wird im Laboratorium genau so ausgeführt, wie unter 2 H, S. 201 angegeben, indem man 50 ccm mit Zehntelnormalsäure titriert. Die Angabe geschieht bei Dünnsäften stets als „Kalkalkalität“.

Da die Titrationen in der Fabrik fast immer in heißen Flüssigkeiten vorgenommen werden, so ist es ratsam, auch im Laboratorium die zu titrierenden Säfte in heißem Zustande, auf 60 bis 70° C angewärmt, zu untersuchen. Die Ergebnisse sind dann vergleichbar, da die Temperaturverhältnisse die Reaktion gegen Ende des Titrierens immerhin etwas beeinflussen.

An Stelle der Lackmusfarbe werden hier als Indikator besser andere organische Farbstoffe: Phenolphtaleïn, Rosolsäure oder Corallin benutzt. Diese Präparate müssen chemisch rein sein und werden in alkoholischer Lösung angewendet. Sie werden von alkalischen Flüssigkeiten intensiv rot gefärbt; nach Zusatz von Säuren und bei dem geringsten Überschuß derselben wird die mit Phenolphtaleïn versetzte Flüssigkeit farblos, die mit Rosolsäure oder Corallin vermischte gelb gefärbt.

Fig. 81.

Bei Alkalitätsbestimmungen titriert man also mit diesen drei Indikatoren auf das Verschwinden der roten Färbung, eine Erscheinung, welche auch bei Lampen- oder Gasbeleuchtung gut erkennbar ist, während unter gleichen Verhältnissen die Veränderung der Lackmusfarbe sich viel schwieriger unterscheiden läßt.

Die damit erhaltenen Resultate weichen unter sich und von den mit Anwendung von Lackmus erhaltenen um ein Geringes ab, man darf deshalb bei vergleichenden Untersuchungen nicht mit dem Indikator wechseln.

Von den drei oben genannten Farbstoffen verdient nach den Untersuchungen von Herzfeld das Phenolphtaleïn den Vorzug [1]). Seine Verbindung mit Kali oder Kalk wird schon durch die allerschwächsten Säuren zerlegt, welche die Verbindungen der Rosolsäure unter Umständen noch unzersetzt lassen. Die Phenolphtaleïnreaktion ist deshalb am empfindlichsten und hat auch wohl den schärfsten und auffälligsten Farbenwechsel.

Bei den jetzigen Scheidungsverfahren pflegt man die Saturation nach der durch Titrierung gefundenen Alkalität zu regeln und bedarf zu diesem Zwecke eines Apparates, welcher, mit allen Erfordernissen versehen, dem Arbeiter in der Fabrik selbst zur schnellen Kontrolle seiner Tätigkeit in die Hand gegeben werden kann. Einen solchen Apparat — es sind deren in mehrfachen Formen vorhanden — zeigt Fig. 81.

Anstatt der zehntelnormalen Säure gibt man dem Arbeiter zweckmäßiger eine Probesäure, deren Gehalt so gestellt ist, daß 1,0 ccm derselben 0,01 g Ätzkalk anzeigt, wodurch die Berechnung erheblich vereinfacht wird. Bei Anwendung von 10 ccm Saft gibt dann die Zahl der verbrauchten Cubikcentimeter Säure sofort die gesuchte Alkalität in Zehntel-Volumprozenten Ätzkalk.

Gebraucht man z. B. zu 10,0 ccm Saft von der ersten Saturation 2,1 ccm solcher Probesäure, so besitzt derselbe eine Kalkalkalität von 0,21 Proz. [2]).

Bei der zweiten oder dritten Saturation, wo die Alkalität bereits wesentlich — auf 0,02 oder 0,03 Proz. — heruntergebracht worden ist, gibt man dem Arbeiter eine noch um das Zehnfache verdünnte Säure, von welcher also 1,0 ccm = 0,001 Ätzkalk entspricht [3]). Hier zeigt die Zahl der verbrauchten Cubikcentimeter bei 10,0 ccm Saft also Hundertstel-Volumprozente Ätzkalk an.

Der Titrierapparat Fig 81 besteht in seinen Hauptteilen aus einer Bürette a nebst Vorratsgefäß a^1 für die Probesäure, einer Bürette b für die Indikatorlösung und einer Vorrichtung c zum Filtrieren der trüben Saftproben. Die Verbindung zwischen a und a^1 wird durch eine Heber-

---

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1898, S. 631.

[2]) Man stellt eine derartige Probesäure her durch Verdünnung von 100,0 ccm Normalsäure mit 180,0 ccm destilliertem Wasser.

100,0 ccm Normalsäure, entsprechend 2,80 g Kalk,
mit 180,0 ccm Wasser verdünnt,

geben 280,0 ccm Probesäure, entsprechend 2,80 g Kalk,

$$280{,}0 : 2{,}80 = 1{,}0 : x,$$
$$x = 0{,}01 \text{ g Kalk.}$$

Bei Mehrbedarf verdünnt man 10 Liter Normalsäure mit 18 Liter Wasser.

[3]) Man stellt sie durch Verdünnung von 100 ccm Normalsäure mit 2700 ccm Wasser dar, in größerer Menge durch Zusammenmischen von 1,0 Liter Normalsäure und 27 Liter Wasser.

röhre *d* bewerkstelligt, deren längerer Schenkel dicht über dem Boden von a^1 endet, während der kürzere derartig in die Bürette eingeschmolzen ist, daß er mit dem Nullpunkte derselben abschneidet. Durch einen Druck auf den Gummiball *e* steigt die Säure in der Röhre in die Höhe und füllt die Bürette bis über den Nullpunkt. Der Überschuß fließt, sobald der Druck aufhört, selbsttätig durch die Hebervorrichtung genau bis zum Nullpunkte in die Flasche zurück. Eine kleine, in der oberen Erweiterung der Bürette angebrachte Öffnung vermittelt den erforderlichen Nachtritt der Luft. Die Bürette ist dann ohne weiteres genau auf 0 eingestellt, sie faßt (in zwei verschiedenen Größen) entweder 5 oder 10 ccm, in Zehntel geteilt, und ist zum Ablassen mit Quetschhahn und Glasspitze versehen. Man filtriert den Saft in kleine Maßgefäße von genau 10 ccm Inhalt, entleert dieselben in flache Schälchen von Porzellan oder weißemailliertem Eisen, fügt einige Tropfen Farbstofflösung aus der Quetschhahnbürette *b* hinzu und titriert in üblicher Weise; bei Lackmuszusatz bis zum Erscheinen, bei Rosolsäure oder Phenolphtaleïn bis zum dauernden Verschwinden der roten Färbung.

Fig. 82.

$\frac{1}{5}$

Wenn man bei der Herstellung der Probesäure einen kleinen Teil des Verdünnungswassers durch alkoholische Lösung von Phenolphtaleïn ersetzt, so erhält man eine farblose Flüssigkeit, welche beim Zusatz zu alkalischem Saft denselben anfänglich und so lange rot färbt, bis der Punkt der Neutralisation erreicht und eine Spur Säure überschüssig ist.

Einen einfachen, aber sehr brauchbaren Apparat zu Alkalitätsbestimmungen mittels solcher „Indikatorsäure" zeigt Fig. 82, eine „Meßröhre", welche, von Vivien in Frankreich eingeführt und nach ihm benannt, auch bei uns Anwendung gefunden hat. Sie ist lediglich für den Arbeiter auf der Saturationsstation bestimmt und erfordert außerdem nur ein mit Ablaßvorrichtung versehenes Gefäß für die Probesäure, am besten eine große Heberspritzflasche, wie sie Fig. 54, S. 127 zeigt. Um dem Arbeiter eine tunlichst schnelle Prüfung zu ermöglichen und ihm zu große Sorgfalt beim Zusatz der Säure zu ersparen, wird die Probesäure (1,0 ccm = 0,001 g Kalk) noch mit der gleichen Menge Wasser verdünnt, so daß unter allen Umständen ein reichlicher Zusatz erforderlich ist, ohne daß einige Tropfen mehr oder weniger das Endergebnis beeinflussen. Dieser Verdünnung der Säure Rechnung tragend, ist die „Meßröhre" derart geteilt und bezeichnet, daß jeder Teilstrich tatsächlich 2,0 ccm faßt, aber nur 1,0 ccm ablesen läßt.

Der unter dem Nullpunkt befindliche Raum faßt genau 10 ccm und wird bei Ausführung der Prüfung mit zuvor filtriertem Saft gefüllt, worauf aus der Heberspritzflasche so lange Probesäure hinzugefügt wird,

bis die anfänglich entstandene rote Farbe eben wieder verschwindet. Zwischen jedem Zusatz von Säure verschließt man die Röhre mit dem Daumen und schüttelt durch. Die schließlich an der **Meßröhre** abgelesene Zahl gibt, wie leicht ersichtlich, den Verbrauch an unverdünnter Probesäure zu 10 ccm Saft in Cubikcentimetern an und damit ohne weiteres die Kalkalkalität des geprüften Saftes in Hundertstel-Volumprozenten [1]).

H. Bestimmung des Kalkgehaltes.

Die in den Dünnsäften vorhandene **Gesamtmenge an Kalk** (Calciumoxyd) ermittelt man zum Zwecke der Betriebsüberwachung, wie im Dicksaft, am einfachsten und schnellsten durch Titration mit alkoholischer Seifenlösung.

Unter Verwendung von 20 ccm Saft verfährt man genau nach den S. 204 u. f. gegebenen Vorschriften; die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Seifenlösung, durch 2 dividiert, zeigt ohne weitere Rechnung Hundertstel-Volumprozente Calciumoxyd in dem untersuchten Dünnsaft an.

I. Bestimmung des Säuregrades.

Es ist beobachtet worden, daß eine schwach saure Reaktion der heißen Diffusionssäfte, ebenso auch der Diffusionsabwässer und Preßwässer, infolge des Gerinnens eiweißhaltiger Stoffe saftreinigend wirkt. Aus diesem Grunde wird die Einhaltung eines schwachen Säuregehaltes in diesen Säften und die regelmäßige Kontrolle desselben im Betriebe empfohlen [2]).

Man drückt, nach **Herzfelds** Vorschlag, den Säuregrad oder die Acidität eines Saftes in Grammen Kalk aus, und titriert je 100 ccm unfiltrierten Saft nach Zusatz einer kleinen Menge Phenolphtaleïnlösung mit einer zehntelnormalen Natronlauge bis zur schwachen Rötung. 1,0 ccm dieser Lauge entspricht 0,0028 g Kalk.

Hätte man z. B. zu 100 ccm Diffusionssaft 21,5 ccm zehntelnormale Natronlauge bis zur Neutralisation gebraucht, so würde der Saft einen Säuregrad von $21{,}5 \times 0{,}0028 = 0{,}06$ besitzen.

---

[1]) Man erhält die hierzu erforderliche „**Indikatorprobesäure**“, wenn man mittels einer Meßpipette 17,85 (rund 18,0 ccm) Normalschwefelsäure in einen Literkolben abmißt, zunächst etwa 500 ccm Wasser, sodann 25 ccm alkoholischer Phenolphtaleïnlösung hinzufügt, bis zur Marke mit Wasser auffüllt und mischt.

Die Haltbarkeit dieser sehr verdünnten Lösung ist begrenzt; es bilden sich nach einiger Zeit leichte flockige Ausscheidungen. Über einen achttägigen Bedarf sollte man deshalb die Mischung nicht vorrätig halten, wenn auch die anderwärts beobachtete „Essigbildung“ nach unseren Erfahrungen nicht zu befürchten ist.

[2]) **Herzfeld**, Zeitschrift 1909, S. 213; 1910, S. 72.

Aufbewahrung von Saftproben. Man kommt bisweilen in die Lage, frische Saftproben einige Zeit aufbewahren zu müssen, ehe die Untersuchung begonnen werden kann, und hat dann Fürsorge zu treffen, der unter gewöhnlichen Umständen sehr bald eintretenden Zersetzung solcher Flüssigkeiten vorzubeugen.

Das zu diesem Zwecke am besten sich eignende Mittel ist ein Zusatz von Bleiessig. Man bringt den betreffenden Saft in einen mit Teilung versehenen Meßzylinder von passender Größe, bestimmt seine Menge, fügt den zehnten Teil derselben an Bleiessig hinzu und mischt. Unter gutem Verschluß vermag man einen so behandelten Saft 14 Tage und länger aufzubewahren, ohne daß eine Zersetzung und somit ein Rückgang der Polarisation eintritt.

Ist Bleiessig nicht zulässig oder die Vermehrung des Volumens nicht wünschenswert, so setzt man dem Safte eine kleine Menge kristallisierten Quecksilberchlorids (Sublimat) zu, welches sich löst und eine Zersetzung der Saftbestandteile mindestens zwei bis drei Tage lang verhindert. Es genügt zu diesem Behuf ein Zusatz von 0,01 g auf je 100 ccm Saft. Auch wässerige Formalinlösung ist sehr brauchbar. Wenige Tropfen genügen, um größere Mengen Saft vor dem Verderben zu schützen[1]). Die Zusammensetzung desselben und die Ergebnisse der späteren Untersuchung auf Zucker, Reinheit, Aschegehalt usw. werden für praktische Zwecke durch diesen kleinen Betrag nicht beeinträchtigt. Eine Bestimmung etwa vorhandenen Invertzuckers ist allerdings nach dem Zusatz der beiden letztgenannten Stoffe nicht mehr angängig.

Sehr empfehlenswert ist ein Sterilisieren von Saftproben unter Benutzung der bekannten Einmachgläser mit luftdichtem Verschluß[2]). Nach dem Einfüllen der Proben werden die Gläser, den überall beigegebenen Gebrauchsanweisungen gemäß, mit Gummiring, Glasdeckel und Druckfeder geschlossen und in einen mit Wasser gefüllten Kochtopf so eingestellt, daß sie vollständig vom Wasser bedeckt sind. Nach einständigem lebhaften Kochen des Wassers in dem bedeckt zu haltenden Topfe sind alle Keime und Sporen in dem Inhalt der Gläser abgetötet und die Proben selbst auf lange Zeit haltbar gemacht.

4. Absüß- und Ablaufwässer.

Die Untersuchung der Absüßwässer — von den Filtern, den Diffuseuren, den Osmoseapparaten und dergleichen — sowie der Fallwässer, Kondensations- und Brüdenwässer beschränkt sich fast stets auf die Feststellung, ob und wieviel Zucker darin enthalten. Man überwacht damit den Gang der Fabrikation in bezug auf etwaige Zuckerverluste.

---

[1]) Zeitschrift 1895, S. 527.

[2]) Als „Weck-“ oder „Rex-Gläser“ oder unter ähnlicher Bezeichnung käuflich.

Gelegentlich kann die Bestimmung des Gehaltes an Trockensubstanz behufs Ermittelung des Reinheitsquotienten erforderlich sein. Man erhält durch diese Zahl, welche auch noch durch die Bestimmung des Aschegehaltes vervollständigt werden kann, einen richtigeren Maßstab für die Beurteilung solcher Flüssigkeiten, als die alleinige Kenntnis ihres Zuckergehaltes an die Hand zu geben vermag.

Da der Prozentgehalt an festen Stoffen den Verhältnissen gemäß und unter gewöhnlichen Umständen sich hier immer nur in äußerst niedrigen Grenzen halten wird, so muß demzufolge in den meisten Fällen die zur Analyse zu verwendende Menge entsprechend vergrößert, die Untersuchungsmethode selbst etwas geändert werden.

A. Bestimmung des Zuckergehaltes.

a) Qualitative Prüfung.

Zum Nachweis kleiner Mengen Zucker bedient man sich der auf S. 9 erwähnten Reaktion mit α-Naphtol (Alpha-Naphtol).

In einem Reagenzglase werden 2 ccm der zu prüfenden Flüssigkeit zunächst mit fünf Tropfen einer 20prozentigen alkoholischen α-Naphtollösung, sodann mit 10 ccm chemisch reiner, konzentrierter Schwefelsäure versetzt und durch Schütteln gut durchgemischt.

Für häufig vorkommende Prüfungen versieht man die betreffenden Gläser mit zwei entsprechenden Marken und benutzt für die α-Naphtollösung zweckmäßig ein sogenanntes Tropfglas.

Es ist durchaus erforderlich, daß der Zusatz der Reagenzien in der oben angegebenen Folge stattfindet, da anderenfalls auch bei Abwesenheit von Zucker eine, wenn auch schwache Farbenerscheinung in dem Gemische auftritt.

Enthielt die geprüfte Flüssigkeit Zucker, so färbt sich, je nach der Menge desselben, die Flüssigkeit in ganz kurzer Zeit tiefviolett bis ganz hellrosa.

Bei einem Gehalt von 0,1 Proz. Zucker wird die Färbung so tief, daß die Flüssigkeit in dem Reagenzglase völlig undurchsichtig erscheint, bei 0,01 Proz. Gehalt gleicht die Farbe etwa der eines hellen Rotweins, bei 0,001 Proz. ist die ganze Mischung noch lebhaft gerötet.

Bei einiger Übung wird man imstande sein, den Zuckergehalt je nach der Tiefe der entstandenen Färbung annähernd auch seiner Menge nach abzuschätzen.

Die Reaktion tritt bei Gegenwart von Salpetersäure nicht ein, die benutzte Schwefelsäure muß deshalb chemisch rein und auch das Betriebswasser, welches zum Absüßen usw. benutzt wurde, frei von Salpetersäure sein. Die gewöhnlich im Fluß- und Grundwasser vorkommenden organischen Stoffe, auch Kalksalze, Chloralkalien und das

im Kondensationswasser stets reichlich vorhandene Ammoniak beeinflussen die Reaktion nicht[1]).

b) Quantitative Bestimmung.

Bei gewöhnlichen Absüßwässern mißt man in ein trockenes Maßkölbchen 50 ccm Flüssigkeit ab, setzt Bleiessig bis zur zweiten Marke (5,0 ccm) hinzu, mischt, filtriert und polarisiert. Die Berechnung ist nach S. 207 vorzunehmen.

Bei sehr zuckerarmen Flüssigkeiten kann man folgendermaßen verfahren: 250 ccm Ablaufwasser werden unter Zusatz einiger Tropfen Natriumkarbonatlösung oder Kalkmilch (zur Vermeidung von Säurebildung) auf dem Wasserbade in einer Porzellanschale bis auf etwa 50 ccm eingedampft, der Rest wird unter sorgfältigem Nachspülen in ein 100-ccm-Kölbchen gebracht, mit einigen Tropfen Phenolphtaleïnlösung und darauf mit so viel verdünnter Essigsäure versetzt, bis die rote Färbung eben wieder verschwunden, der an die Base gebundene Zucker somit wieder frei geworden und die alkalische Reaktion wieder aufgehoben ist. Man klärt mit einigen Tropfen Bleiessig, füllt bis zur Marke, mischt, filtriert und ermittelt im Filtrate dessen Drehung.

Beispiel. 250 ccm Absüßwasser, wie vorstehend behandelt, ergaben 1,5° Ablesung (deutsche Apparate):

$$1{,}5 \times 0{,}260 = 0{,}39 \text{ Zucker.}$$
$$250 : 0{,}39 = 100 : x,$$
$$x = 0{,}156 \text{ Proz. Zucker.}$$

Eine Umrechnung der so erhaltenen Volumprozente auf Gewichtsprozente kann, weil ohne praktischen Nutzen, unterbleiben.

B. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Man verwendet 100 oder 200 ccm Flüssigkeit, verdampft den größten Teil des Wassers in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade und bringt erst den hier verbleibenden Rest unter sorgfältigem Nachspülen mit wenig Wasser auf das wie unter 2 C, S. 184 vorbereitete Sandschälchen. Die weitere Behandlung erfolgt, wie dort angegeben. Die für Trockensubstanz erhaltene Zahl wird in bekannter Weise zur Ermittelung des Reinheitsquotienten benutzt.

C. Bestimmung des Aschegehaltes.

Auch hier verwendet man 100 ccm Flüssigkeit, welche, in eine Porzellanschale pipettiert, auf dem Wasserbade bis auf ein geringes Volumen eingedampft werden und sodann im Platinschälchen zur völligen Verdampfung gelangen. Der schließlich verbleibende Rest wird nach 2 D, S. 197 behandelt.

---

[1]) Müller und Ohlmer, Deutsche Zuckerindustrie 1892, Nr. 12.

Absüßspindeln. Zur Überwachung der Absüßarbeit innerhalb der Fabrik dienen die sogen. Absüßspindeln. Es sind dies besonders konstruierte Saccharometer nach Brix, deren Skala wegen des geringen Gehaltes an Zucker (und Trockensubstanz) in den zu prüfenden Flüssigkeiten zwar nur bis 5,0° Bx geteilt ist, aber vermöge ihrer weitläufigen Untereinteilung die sichere Ablesung von Zehntelgraden mit Leichtigkeit zuläßt. Gleichzeitig ist auf den Umstand Rücksicht genommen, daß die Absüßwässer mit hohen Temperaturen (60 bis 80° C) ablaufen und daß sie, zur Vermeidung von Arbeitsstockungen, stets heiß, ohne auf die übliche Normaltemperatur abgekühlt zu sein, gespindelt werden müssen.

Fig. 83. Fig. 84.

Man hat demgemäß Absüßspindeln, welche genau bei 75° C justiert worden sind und infolgedessen in einem reinen Wasser von dieser Temperatur 0° Bx, in einer fünfprozentigen Zuckerlösung von 75° C auch 5,0° Bx anzeigen. Der Gebrauch dieser Instrumente bedarf keiner weiteren Erläuterung, ist aber bei Flüssigkeiten von höheren oder niedrigeren Temperaturgraden natürlich ausgeschlossen.

Eine andere, mit Recht viel häufiger benutzte Konstruktion zeigt Fig. 83. Es ist dies eine bei 17,5° C (14,0° R) justierte Brixspindel, auf deren Skala die von 0° bis 5,0° aufwärts verzeichnete Teilung in gleicher Weise unterhalb des Nullpunktes, und zwar wieder bis 5,0°, fortgesetzt ist, so daß der Nullpunkt in der Mitte der Skala befindlich und diese nach der üblichen Bezeichnung von „— 5° bis + 5° Bx" eingeteilt erscheint. Während das Instrument in reinem Wasser von 17,5° C bis 0° einsinkt, taucht es in heißem Wasser und so auch in heißen, sehr verdünnten Zuckerlösungen, wie es die Absüßwässer sind, naturgemäß tiefer ein und zeigt sog. „Minusgrade" an. So sinkt z. B. diese Spindel in eine fünfprozentige Zuckerlösung von 70,0° C bis zum Nullpunkte ein, in eine vierprozentige bis — 1°, in eine dreiprozentige bis — 2°, in eine zweiprozentige bis — 3°, in eine einprozentige Lösung bis — 4°, in reines Wasser endlich von 70,0° C getaucht bis — 5° ein.

Dementsprechend hat man den Arbeiter nur anzuweisen, bis zu welchem Teilstrich der Skala das Absüßwasser gehalten werden soll,

— unabhängig von der Anfangstemperatur zeigt die Spindel dann später nach Abkühlung der Flüssigkeit auf 17,5° C den Prozentgehalt ebenfalls richtig an, so daß ein und dieselbe Probe und ein und dasselbe Instrument auch für die Kontrolle dienen.

Eine sehr praktische Einrichtung besitzt die nach ihrem Erfinder benannte Langensche Absüßspindel, bei deren Benutzung die Beendigung des Absüßens bei jeder Temperatur der Flüssigkeit ersichtlich ist. Das Aräometer schließt, wie Fig. 84 zeigt, in einem verhältnismäßig sehr großen (etwa 100 ccm fassenden) Körper ein Thermometer ein, dessen Skala einzelne Grade von 30° bis 70° C ablesen läßt. Die im Stengel befindliche Aräometerskala trägt eine Einteilung derart, daß an den Punkten, bis zu welchen die Spindel in reinem Wasser bis zu 30° bis 70° C einsinkt, sich die Zahlen der betreffenden Temperaturgrade abermals aufgezeichnet finden. So sinkt z. B. das Instrument in Wasser von 30° C bis zur Zahl 30, in Wasser von 65° C bis zur Zahl 65 ein.

Wenn nun also bei Anwendung von reinem Wasser die Ablesungen an beiden Skalen oben und unten notwendigerweise und bei jeder Temperatur genau übereinstimmen müssen, so ändert sich dieses Verhältnis, sobald an Stelle des Wassers Auflösungen fester Stoffe — also hier Absüßwässer — treten; die Spindel wird nun nicht mehr so tief einsinken können, sondern es wird der Unterschied zwischen der oberen und unteren Ablesung um so größer sein, je höher der Gehalt der Flüssigkeit an gelösten Stoffen ist; die obere Skala wird eine dementsprechend niedrigere Zahl angeben müssen. Mit zunehmendem Absüßen wird dieser Unterschied sich stetig verringern, bis endlich — sei die Temperatur hoch oder niedrig — ein Zeitpunkt eintritt, wo die Ablesung auf beiden Skalen gleiche Zahlen liefert und somit die völlige Abwesenheit gelöster Stoffe, also die beendete Absüßung in unzweifelhafter Weise angezeigt wird.

5. Zuckerrüben.

Bei der Untersuchung der Zuckerrüben handelt es sich zumeist nur um die Bestimmung des Zuckergehaltes; bisweilen tritt die Ermittelung des Saftgehaltes, für manche Fälle die des Wassergehaltes oder der Trockensubstanz und in seltenen Fällen die des Invertzuckergehaltes hinzu.

Bekanntlich wird in vielen Fabriken die Bezahlung der Rüben nach ihrem Zuckergehalt bemessen, es ist aber auch, wo dies nicht der Fall, die Bestimmung desselben aus dem Grunde von hervorragender Wichtigkeit, weil nur durch sie festgestellt werden kann, wieviel an Zucker überhaupt im Rohmaterial in die Fabrik hineingenommen wurde. Sie bildet so die Grundlage für die gesamte Fabrikationsrechnung.

Die Untersuchung einer einzigen Rübe berechtigt nie zu einem sicheren Urteil über eine größere Anzahl derselben, da deren einzelne Anteile in jeder Beziehung oft sehr erheblich untereinander verschieden sind. Man muß deshalb, wo es sich um Durchschnittswerte handelt, stets eine nicht zu geringe Anzahl Rüben, welche in Form und Größe und nach ihren sonstigen Eigenschaften die zu beurteilende Menge möglichst getreu darstellen, zur Analyse auswählen, und bei gemeinschaftlicher Verarbeitung derselben wird man alsdann Zahlen erhalten, welche einem richtigen Durchschnitt entsprechen und eine Verallgemeinerung zulassen.

Anhängende Schmutzteile sind durch Waschen und Abbürsten zu entfernen; nach dem Waschen müssen die Rüben sofort und vollständig abgetrocknet werden. Sind die Gewichtsverluste beim Waschen und Putzen, die sog. „Schmutzprozente", anzugeben, so ermittelt man dieselben durch entsprechendes vor- und nachheriges Wägen [1]). Bevor man die Rüben verarbeitet, wird eine jede — auf einer kleinen, guten Dezimalwage — gewogen. Man kann demnächst die Wurzelgewichte einzeln angeben, oder ein Durchschnittsgewicht berechnen, welches letztere durch Division der Summe sämtlicher Einzelbeträge mit der Anzahl der gewogenen Rüben erhalten wird [2]).

Im Winter sind die Rüben häufig sehr durchkältet, bisweilen gefroren; man kann sie in solchem Zustande nicht verarbeiten, sondern muß sie zuvor in einem mäßig erwärmten Raume Zimmertemperatur annehmen bzw. auftauen lassen.

Zerkleinerung der Rüben. Eine ganz wesentliche Vorbedingung für den befriedigenden Ausfall von Rübenuntersuchungen ist eine tunlichst weit getriebene Zerkleinerung derselben, ohne daß dabei ein Saftverlust stattfinden darf.

Man hat verschieden zu verfahren, je nachdem bereits geschnitzelte oder noch ganze Rüben vorliegen, doch ist immer in beiden Fällen zu berücksichtigen, daß die demnächst vorzunehmende Auslaugung naturgemäß um so schneller und vollständiger vor sich gehen wird, je feiner der hergestellte „Brei" zerteilt war.

---

[1]) Abgewelkte und sehr trockene Rüben nehmen beim Naßputzen bis zu 2 Proz. ihres Gewichtes und mehr an Wasser auf (Zeitschrift 1896, S. 222).

[2]) Beim Liegen, namentlich in erwärmten Räumen, verlieren die Rüben in kurzer Zeit erhebliche Mengen von Wasser, sie trocknen ein und ihr Saft wird naturgemäß dadurch konzentrierter und zuckerreicher. Wo es sich daher bei Versendung von Rübenproben und um genaue Bestimmung des Zuckergehaltes derselben handelt, sollte es nicht unterlassen werden, das Gewicht der gut gereinigten Rüben vor Absendung und demnächst kurz vor der Untersuchung wiederum festzustellen und die beiderseits gewonnenen Zahlen in Vergleich zu ziehen. Bei der Berechnung des Zuckergehalts ist dann ein sich hierbei ergebender Gewichtsunterschied zu berücksichtigen. (Beschlüsse der österr.-ungar. Chemiker, Österr.-Ungar. Zeitschr. 1908, S. 585.)

Die frischen Rübenschnitzel, wie sie in der Fabrik der Schnitzelmaschine entfallen, sind in diesem Zustande noch nicht zur Untersuchung verwendbar, sondern bedürfen einer viel weiter gehenden Zerkleinerung. Wo eine besondere, unten zu erwähnende, maschinelle Einrichtung für diesen Zweck nicht vorhanden ist, wird die Zerkleinerung gewöhnlich mittels der bekannten Fleischhackmaschine vorgenommen. Nach wiederholtem Durchschicken sind die Schnitzel in eine zwar noch ziemlich grob, aber doch gleichmäßig zerteilte und für gewisse Methoden brauchbare Masse verwandelt.

Schneller und besser arbeitet die in Fig. 85 abgebildete, für Kraftbetrieb bestimmte „Schnitzelquetschmühle" von Kiehle. Durch den Trichter *C* und mittels des seitlichen Stopfers *D* werden die Schnitzel dem im Gehäuse *A* befindlichen Räderquetschwerk zugeführt, welches, durch Vermittelung der Riemenscheibe *B* sich langsam drehend, einen äußerst feinen, sog. „gemahlenen" oder „geschliffenen" Brei erzeugt, der allmählich und selbsttätig aus einer unten angebrachten Tülle herausgedrängt und in einer dort aufgestellten Schale gesammelt wird. Die Figur zeigt die Mühle im geöffneten Zustande, ein einfacher Verschluß drückt die den Trichter tragende, um ein Gelenk bewegliche Vorderplatte beim Gebrauche fest und dichtschließend an.

Fig. 85.

Zur Herstellung von „geschliffenem" Brei aus ganzen Rüben ist eine größere Anzahl von maschinellen Vorrichtungen konstruiert worden, die Beschreibung aller würde zu weit führen.

Die von Kiehle konstruierte „Rübenbreimaschine" oder „Rübenfräse" (Fig. 86) und die „Rübenbohrmaschine" (Fig. 87) von Keil und Dolle dürften, als sehr geeignet, in Deutschland wohl die größte Verbreitung gefunden haben.

Beide Maschinen liefern bei mäßigem Kraftbedarf und selbst bei sehr groß bemessenen Proben in verhältnismäßig kurzer Zeit einen salbenartigen, feinst geschliffenen Brei in hinreichender Menge.

Auf der nebenstehenden Zeichnung der Kiehleschen Maschine (Fig. 86) ist *F* der sogenannte Fräser, eine aus hartem Gußstahl gefertigte,

beiderseitig feilenartig aufgehauene Schleifscheibe, unten durch die Rübenvorlage *R* zum Teil verdeckt. *S* ist der Sammelkasten für den geschliffenen Brei, *k* der direkte obere Antrieb mit dem Kugelausrücker *a*, *K* der Antrieb mittels Vorgelege und dem hierzu gehörigen Ausrücker mit Bremse *A*, *H* endlich der Handantrieb, für Fälle, wo die Dampfkraft fehlt. Die auf der Rübenvorlage festliegende, mit Hand dem Fräser entgegengeführte Rübe wird nur in der Breite desselben, ihrer Längenrichtung nach, ausgefräst und sodann schnell und einfach durch eine andere ersetzt.

Von der „Bohrmaschine" (Patent Keil) gibt Fig. 87 eine ohne weiteres verständliche Ansicht, Fig. 88 erläutert die eigentümliche Konstruktion des Bohrers. Der mittels dieses Bohrers bei einer Geschwindigkeit von etwa 8000 Umdrehungen in der Minute erzeugte Rübenbrei gleitet vermöge seiner außerordentlichen Feinheit in nach hinten sich erweiternde „Breistraßen" durch runde Kanäle in das Bohrrohr und hält dabei den zu dem herausgebohrten Anteil der Rübe gehörigen Saft vollständig in sich zurück. Das Bohrloch bekommt einen Durchmesser von 18 mm und wird am zweckmäßigsten behufs Erzielung eines richtigen Durchschnittsmusters in schräger Richtung, wie es Fig. 89 andeutet, durch die Rübe gebracht. Der Bohrer wirft beim Eindringen in die Rübe einen Hauttrichter auf und nimmt infolgedessen von der der Rübe etwa anhängenden Erde nichts mit.

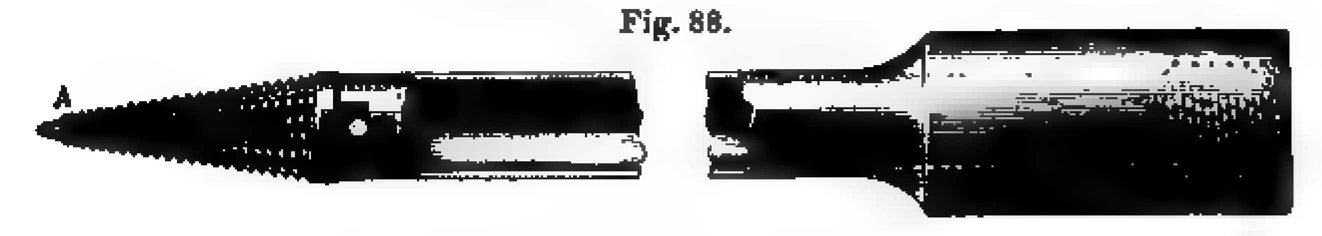
Fig. 86.

Sobald — in äußerst kurzer Zeit — die Durchbohrung vollendet ist, wird, bei gesonderter Untersuchung einzelner Rüben, die Bohrmaschine angehalten (sie trägt zu diesem Zwecke eine lose und eine feste Riemenscheibe und einen besonders konstruierten Ausrücker, welcher gleichzeitig an der hinten befindlichen Scheibe als Bremse wirkt); das Bohrrohr wird abgenommen und durch ein anderes ersetzt, mit welchem sofort eine neue Probe gebohrt werden kann. Aus dem gefüllten Rohre wird nach Abnahme der Spitze der Brei herausgestoßen, worauf nach Reinigung mittels geeigneter Bürsten beide Teile sofort wieder gebrauchsfertig sind.

Bei dem oben angegebenen Durchmesser der Ausbohrung erhält man je nach der Größe der Rübe und der Lage des Bohrloches 8 bis 14 g geschliffenen Breies.

Wenn die Maschine nicht zur Untersuchung einzelner Rüben, sondern zur Breigewinnung aus großen Durchschnittsmustern benutzt werden soll, erhält der Bohrer an seinem hinteren Teile einen Längsschlitz, aus welchem der erbohrte Brei durch die Zentrifugalkraft herausgeschleudert wird. Man bohrt fortwährend, ohne Abnahme des Bohrers, eine Rübe nach der anderen und sammelt den Brei in einem

Fig. 88.



den Bohrer umschließenden Blechgefäße. [Die Vorrichtung ist, um die Deutlichkeit der Zeichnung nicht zu beeinträchtigen, oben fortgelassen worden [1]).]

Die einfacheren Stöpselmaschinen (Fig. 90) arbeiten in der Art, daß mittels eines durch Hebelkraft bewegten, unten scharf angeschliffenen Rohres Bohrkerne oder „Stöpsel“ aus der Rübe heraus-

[1]) Die Maschine wird zweckmäßig auf Steinfundament in Tischhöhe befestigt, der Betrieb erfolgt am besten durch Elektrizität, sonst mittels Transmission von einer Dampfmaschine, durch einen Gasmotor oder auch durch Hand. Der Kraftbedarf beträgt 0,4 Pferdekraft. Eine Maschine mit 4 Bohrrohren, 12 Bohrspitzen und angemessener Bedienung genügt für 1000 Polarisationen in einem Arbeitstage.

gestoßen werden, welche dann gemeinschaftlich durch die Fleischhackmaschine oder auf sonstige Weise weiter zu zerkleinern sind. Die Bohrstelle an der Rübe wird auch hierbei am richtigsten, wie Fig. 89 zeigt, gewählt.

Einen äußerst feinen Brei aus bereits grob zerkleinerten Rüben liefert die Rübenbreipresse „Ohne Gleichen" von Pellet[1]).

Fig. 90.

Fig. 89.

Die in der Fig. 91 a, b, dargestellte Presse besitzt als Hauptbestandteil einen losen, leicht aus der Fassung *f* herausnehmbaren und wieder einzuschiebenden, oben trichterförmig erweiterten, starkwandigen Stahlzylinder, in welchen sich ein dicht anschließender Kolben *e*, von *c* und *d* geführt, durch eine Schraubenspindel auf und ab bewegen läßt. Die untere, ringförmige Fläche dieses Stahlzylinders trägt nach innen zu einen Kranz von feinen scharfkantigen Zähnen *m*, die kleine Kanäle

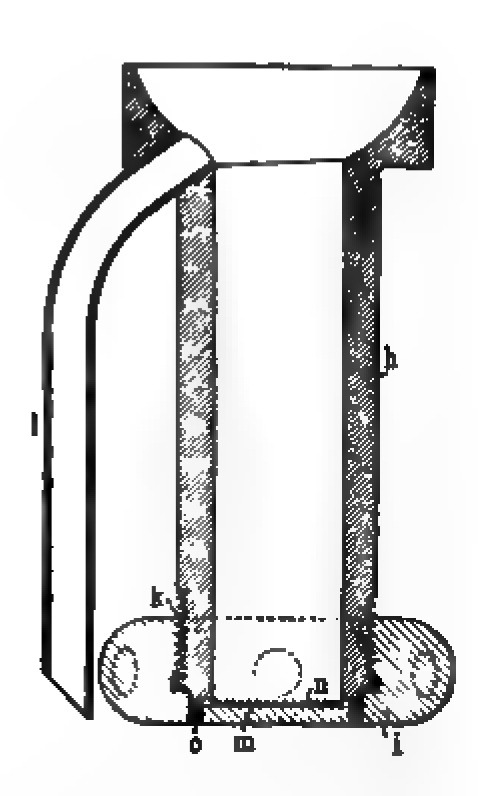
---

[1]) Sucrerie Say. Paris, Zeitschr. d. Ver. d. D. Zuckerindustrie 1905, S. 878. Ebendaselbst Stutzer: „Über Schnitzeluntersuchungen" 1905, S. 777. Pellet: „Deutsche Zuckerindustrie" 1905, Nr. 36, S. 1357.

zwischen sich lassen (Fig. 91 b), welche in eine in das fest aufgeschraubte Bodenverschlußstück *i* eingeschnittene Rinne *o* münden. Diese Rinne hat fünf nach unten gerichtete Austrittsöffnungen. (Die an dem Bodenstück angedeuteten runden Löcher dienen zum Einsetzen des Schraubenschlüssels.) Füllt man den Zylinder, von dem Fig. 91 b einen Durchschnitt darstellt, mit Schnitzeln oder grobem Brei oder auch mit den durch die Stöpselmaschinen erzeugten Bohrkernen und läßt den Kolben niedergehen, so wird der Zylinderinhalt durch die Zahnung hindurchgepreßt und dadurch in einen äußerst feinen Brei verwandelt, der zunächst in die erwähnte Sammelrinne gelangt und dann durch deren

Fig. 91.

a. b.



Austrittsöffnungen in ein darunter befindliches Gefäß fällt. Tritt bei sehr saftreichen Rüben etwas Saft über den Kolben, so vermittelt ein an die trichterförmige Erweiterung des Zylinders angesetztes Rohr *l* (Fig. 91 b) den Abzug dieses Saftes in das untergestellte Gefäß zur Wiedervereinigung mit dem durchgepreßten Brei.

In ähnlicher und ihren Zweck ebenso vollkommen erreichender Weise arbeitet die viel einfacher konstruierte Presse von Herles[1]), bei welcher die Rübenschnitzel oder die aus ganzen Rüben hergestellten Bohrkerne durch feine Sieböffnungen des Preßzylinderbodens mittels starken Hebeldruckes durchgetrieben werden.

[1]) Herles, Zeitschrift für Zuckerindustrie in Böhmen, Heft 4, 1902. Die ältere, an jener Stelle eingehend beschriebene Presse ist nach privater Mitteilung an den Verfasser in neuerer Zeit wesentlich verbessert. Die noch nicht veröffentlichte Beschreibung und Gebrauchsanweisung wird von Herles jeder neuen Presse mitgegeben.

Wo diese Maschinen fehlen, muß man sich mit gewöhnlichen Handreiben oder sogenannten Gewürzreiben behelfen. Man teilt die Rüben der Längsrichtung nach in vier bis acht Teile und verwendet von jeder Wurzel einen gleichen Abschnitt, reibt sämtliche Rübenabschnitte möglichst vollständig auf und mischt den Brei vor seinem Gebrauche sorgfältig durch.

A. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Der auf die eine oder andere Weise, wie vorstehend beschrieben, aus Schnitzeln oder ganzen Rüben hergestellte Brei wird zur Bestimmung seines Zuckergehaltes mit Alkohol oder mit Wasser, unter gleichzeitiger Erwärmung oder auch bei gewöhnlicher Temperatur ausgelaugt, die dabei entstehende Zuckerflüssigkeit wird mit Bleiessig geklärt, filtriert und polarisiert.

Man unterscheidet diesen Verhältnissen entsprechend:

Alkoholverfahren:

1. Warme Extraktion (nach Sickel-Soxhlet),
2. Warme Digestion (nach Rapp-Degener).

Wasserverfahren (nach Pellet):

3. Kalte Digestion,
    a) Methode Krüger,
    b) Methode Pellet,
4. Warme Digestion.

Die ohne Erwärmung arbeitenden Verfahren 3a und b bedingen den oben erwähnten, auf Maschinen hergestellten, feinst geschliffenen Brei, bei den anderen Methoden ist auch ein gröberer, auf Reiben gewonnener Brei zulässig.

Alkoholverfahren.

1. Warme Extraktion.

Nach dem ursprünglich von Scheibler[1]) angegebenen, von Sickel[2]) wesentlich verbesserten Extraktionsverfahren laugt man mittels eines geeigneten Apparates eine gewisse Menge Rübenbrei mit verdünntem, warmem Alkohol aus.

Sickel benutzt den zu diesem Behufe in seinen Größenverhältnissen etwas veränderten Extraktionsapparat von Szombathy oder Soxhlet[3]), welcher infolge seiner Einrichtung eine sehr rationelle Auslaugung ermöglicht und außerdem die Anwendung einer reichlichen Menge Substanz gestattet.

Diesen Extraktionsapparat und seine Aufstellung zeigt Fig. 92.

---

[1]) Scheiblers Neue Zeitschr. III, S. 242.
[2]) Zeitschr. 1879, S. 692.
[3]) Polytechn. Journ. 232, 461.

A ist ein unten geschlossener, mit dem weiteren Ansatzrohre *B* versehener Glaszylinder, welcher den auszulaugenden Rübenbrei auf-

Fig. 92.

nimmt. An seiner tiefsten Stelle ist ein dünnes Heberrohr *D* angesetzt, welches, dicht anliegend, etwa bis zur halben Höhe von *A* aufsteigt,

dann abwärts führt und in *B* einmündet. Andererseits ist durch das weitere Rohr *C* eine Verbindung zwischen *B* und dem oberen Teile von *A* hergestellt. Der Zylinder *A* trägt mittels eines gut schließenden Korkes einen Liebigschen Rückflußkühler, das Rohr *B* einen mit erweitertem Halse versehenen 100-ccm-Kolben, welcher in ein oben geschlossenes Wasserbad eintaucht[1]. Für den Gebrauch des Apparates bedeckt man die auf dem Boden von *A* befindliche Öffnung des kleinen Heberrohres mit einer Scheibe von dünnem, losem Filz oder feinmaschigem Drahtnetz. Ehe man den zu untersuchenden Brei aus Rüben oder aus den durch die Hackmaschine fein zerteilten Schnitzeln in diesen Apparat einträgt, erwärmt man ihn zweckmäßig nach einem Vorschlage von Herzfeld[2] mit etwas Alkohol, von höchstens 90 Proz., wodurch eine wesentliche Beschleunigung der dann folgenden Auslaugung bewirkt wird.

Fig. 93.



Man wägt auf einer größeren, passend geformten Neusilberschale, Fig. 93, 26,0 g Brei genau ab, fügt gleich auf dieser Schale 3 bis 5 ccm Bleiessig und 4 bis 5 ccm 90 proz. Alkohol hinzu, mischt mittels eines Glasstabes gut durcheinander und trägt mit Hilfe desselben und einer Alkoholspritzflasche, Fig. 94, den Brei verlustlos in ein starkwandiges weites Reagenzrohr (4 cm Weite, 20 cm Höhe) ein. Nach Hinzufügung von noch soviel Alkohol, daß der Brei in der Röhre bedeckt ist, setzt man mittels eines Korkes eine etwa 40 cm lange Kühlröhre darauf und erhitzt im kochenden Wasserbade 10 bis 15 Minuten lang. Dann erst überträgt man den gesamten Inhalt des Reagenzrohres in den Zylinder *A* des Extraktionsapparates und spült das erstere sorgfältig mit Alkohol nach.

Fig. 94.

Der Fassungsraum von *A* muß so bemessen sein, daß die eingetragene Breimenge nicht über die obere Heberkrümmung hinaussteht. Die Figur läßt die erforderliche Höhe der Breischicht deutlich ersehen.

Man beschickt dann den zum Extraktionsapparat gehörenden Maßkolben mit noch soviel 90 proz. Alkohol, daß die angewandte Gesamtmenge etwa 100 ccm beträgt, setzt den Apparat in der aus der Zeichnung ersichtlichen Weise zusammen und bringt den im Kolben befindlichen Alkohol im Wasserbade zur Destillation.

---

[1] Der Liebigsche Kühler kann selbstverständlich durch jeden anderen Kühler von guter Konstruktion ersetzt werden.

[2] Zeitschr. 1909, S. 637.

Die Alkoholdämpfe gelangen durch B und C in den oberen Teil von A, treten in das Kühlrohr und tropfen von da, verdichtet, auf den Rübenbrei zurück.

Fig. 95.

Den Wasserzufluß zum Kühler regelt man durch den am Abflußrohr befindlichen Schraubenquetschhahn; wo Wasserleitung vorhanden, wird man selbstverständlich den Schlauch C an diese anschließen.

Sobald nun der Flüssigkeitsstand in A die höchste Stelle der Heberkrümmung etwas überschritten hat und somit ein gewisser Überdruck eingetreten ist, wird die in dem aufwärts gerichteten Teile des Heberrohres bereits befindliche, alkoholische Zuckerlösung in den abwärts

gehenden Teil übergedrückt, die Hebervorrichtung dadurch in Wirksamkeit gesetzt und die gesamte Flüssigkeit in wenigen Sekunden in das Maßkölbchen abgesaugt.

Dieses Hinaufdestillieren und das selbsttätige Abhebern der alkoholischen Lösung wiederholt sich nun beständig im Verlaufe von wenigen Minuten, so daß nach etwa zwei bis drei Stunden, je nach der Feinheit des Rübenbreies schneller oder langsamer, derselbe vollständig an Zucker erschöpft ist. Man entfernt dann das Wasserbad, läßt den Inhalt des Kolbens auf 20° C erkalten, füllt denselben mit 90 proz. Alkohol bis

Fig. 96. Fig. 97.

zur Marke und bringt die gut gemischte und filtrierte Flüssigkeit in üblicher Weise zur Polarisation. Der ermittelte Drehungsbetrag ist auch hier zugleich der Prozentgehalt an Zucker.

Ein von Müller für diese Untersuchung etwas abgeändertes Extraktionsgefäß zeigt Fig. 96. An dem seitlich befindlichen Heberröhrchen ist eine nach oben gerichtete, offene Verlängerung *a* angebracht, welche für gewöhnlich, wenn der Apparat in Tätigkeit ist, mit einem Stopfen verschlossen gehalten wird, die aber nach Abnahme desselben ermöglicht, mittels eines hineingesenkten Glasröhrchens eine kleine Probe der im Apparat befindlichen Flüssigkeit zu entnehmen, um über den Endpunkt der Extraktion sich zu vergewissern. Die herausgenommene Probe wird nach S. 231 mit α-Naphtol auf Zucker geprüft, mit der Maßgabe, daß die Flüssigkeiten nicht durch Schütteln miteinander gemischt, sondern vorsichtig übereinandergeschichtet werden. Zeigt sich an der Berührungsstelle der geprüften Flüssigkeit und der daruntergeschichteten Schwefelsäure ein gefärbter Ring, so ist noch Zucker vorhanden. Die Extraktion wird demgemäß noch fortgesetzt, bis mit einer neuen Probe die Farbenerscheinung nicht mehr eintritt.

Einen von uns zusammengestellten Apparat zur gleichzeitigen Ausführung von sechs Zuckerbestimmungen in Rüben mittels des eben beschriebenen Extraktionsverfahrens zeigt Fig. 95. Wasserbad und

Kühlgefäß sind gemeinsam; im übrigen gestattet die Anordnung eine Ausschaltung jedes einzelnen Extraktionsgefäßes, ohne die Arbeit der übrigen zu unterbrechen

Die Wasserbehälter sind mit einer Vorrichtung versehen, welche den Wasserstand in beiden stets in unveränderter Höhe hält.

Anstatt der Maßkolben mit gekröpftem Halse, wie in Fig. 92 dargestellt, sind auch Kolben von der Form, wie Fig. 97 (s. v. S.) zeigt, in Gebrauch. Sie lassen eine Berührung des Verschlußpfropfens mit der aufschäumenden Flüssigkeit noch leichter vermeiden als jene.

2. Warme Digestion.

Ein dem eben beschriebenen ähnliches Verfahren ist das Digestionsverfahren nach Rapp-Degener[1]), bei welchem der Rübenbrei gleich im Kolben selbst mit Alkohol heiß „digeriert“ oder erhitzt wird.

Man verwendet bei dieser Methode zweckmäßig die doppelte Normalgewichtsmenge und Maßkolben von genau 201,2 ccm Inhalt[2]) und

---

[1]) Zeitschrift 1882, S. 786.

[2]) Bei dem Verhältnis von 52,0 g zuckerhaltiger, vollständig sich auflösender Substanz zu 200 ccm Flüssigkeit würde man bei demnächstiger Polarisation im 200-mm-Rohr ohne weitere Rechnung Prozente Zucker ablesen. Nun besteht aber der Inhalt eines mit 52,0 g Rübenbrei und Alkohol oder Wasser bis zur Marke gefüllten 200-ccm-Kolbens nicht aus 200 ccm zuckerhaltiger Flüssigkeit, sondern es nimmt auch das Mark des verwendeten Rübenbreies einen gewissen Raum ein, welcher nach den diesbezüglichen Bestimmungen von Rapp für je 26,0 g Brei = 0,6 ccm, also für 52,0 g = 1,2 ccm beträgt. Es sind mithin nach dem Auffüllen zur Marke nur 200 — 1,2 = 198,8 ccm Flüssigkeit im Kolben vorhanden. Diese Zahl würde in Rechnung zu stellen und der bei der Polarisation der Flüssigkeit abgelesene Betrag mit $\frac{198,8}{200} = 0,994$ zu multiplizieren sein, um den wahren Prozentgehalt der Flüssigkeit an Zucker zu erhalten.

Man vermeidet diese immerhin lästige Umrechnung ganz und liest ohne weiteres richtige Zahlen ab, wenn man die Kolben nicht zu 200 ccm, sondern mit Rücksicht auf das Volumen des Markes zu 201,2 ccm Inhalt markiert. Diese Kolben enthalten natürlich, nach dem Auffüllen bis zur Marke, 200 ccm Flüssigkeit.

Das gleiche Mengenverhältnis, wie bei der Verdünnung von 52,0 g Rübenbrei zu 201,2 ccm Gesamtflüssigkeit, erhält man auch, wie leicht zu berechnen, bei Anwendung von:

10,0 g	Brei	zu	38,7	ccm,
13,0 „	„	„	50,3	„
26,0 „	„	„	100,6	„
50,0 „	„	„	193,5	„
100,0 „	„	„	387,0	„

oder auch, unter Zuhilfenahme der gewöhnlichen Maßkolben bei Anwendung von:

25,8 g	Brei	zu	100,0	ccm,
51,7 „	„	„	200,0	„

mit einer Halserweiterung versehen, welche das Einfüllen des Rübenbreies wesentlich erleichtert, entweder wie sie Fig. 98 *A* oder besser noch trichterförmig, wie sie nach Angabe von Stift[1]) Fig. 99 zeigt.

Fig 99.

Man versieht den Kolben mit einem etwa 50 cm langen, unten schräg abgeschnittenen Kühlrohr *B*, Fig. 98, von 10 mm lichter Weite, am besten sorgfältig in den Kolbenhals eingeschliffen, anderenfalls in einem gut schließenden Kork befestigt. Behufs des leichteren Zurücktropfens des beim Kochen in dem Rohre sich verdichtenden Alkohols gibt man dem Apparate die in der Figur angegebene schräge Lage; bei gerader Stellung kann unter Umständen ein stoßweises Hinausschleudern von Alkohol stattfinden.

Alle diese Verhältnisse haben praktische Anwendung gefunden.

Hat man also Veranlassung, anstatt der oben vorgeschriebenen Breimenge z. B. 10,0 g oder 100,0 g zur Untersuchung zu verwenden, so sind zur Vermeidung weiterer Rechnung im ersteren Falle Maßkolben von 38,7 ccm, im letzteren solche von 387 ccm Inhalt zu benutzen. Die Polarisation der Flüssigkeit im 200-mm-Rohr deutscher Apparate zeigt dann in beiden Fällen ohne weiteres die Prozente Zucker an.

[1]) Österr. Zeitschrift 1889, S. 597.

Man wägt auf der Neusilberschale (Fig. 93) die doppelte Normalgewichtsmenge = 52,0 g Rüben- oder Schnitzelbrei ab, fügt 3 bis 4 ccm Bleiessig und ebenso viel Alkohol hinzu, spült ihn unter Benutzung der Alkohol-Spritzflasche, Fig. 94, mit Alkohol von 90 Vol.-Proz. verlustlos in den Kolben und fügt noch so viel Alkohol hinzu, daß der Kolben zu etwa 4/5 seines Inhalts gefüllt ist. Nach dem Aufsetzen des

Kühlrohres bringt man den Kolben in das vorher bereits zum Kochen gebrachte Wasserbad, läßt den Kolbeninhalt ebenfalls zum Kochen kommen und hält 15 bis 20 Minuten im ruhigen Sieden, wobei nun der im Rübenbrei enthaltene Zucker vollständig in die Flüssigkeit übergeht. Man nimmt dann den Kolben heraus, spült Kork und Kühlröhre mit Alkohol ab und füllt, ohne abzukühlen, mit Alkohol bis etwa an die Marke. Durch abermaliges, nur höchstens zwei Minuten andauerndes Einstellen des Kolbens in das heiße Wasserbad (bis Blasen im Alkohol aufzusteigen beginnen) läßt man den Inhalt sich mischen, so-

dann an der Luft langsam ($^1/_2$ bis $^3/_4$ Stunde lang) erkalten und kühlt schließlich durch Einstellen in Wasser auf 20° C ab.

Mit dem Sinken der Temperatur tritt die Flüssigkeit wieder tief unter die Marke, nach vollendeter Abkühlung stellt man mit 90 proz. Alkohol genau zur Marke ein, mischt durch Umschütteln, filtriert, unter tunlichster Vermeidung von Verdunstung, und polarisiert. Die Ablesung (im 200-mm-Rohr) ergibt den Prozentgehalt der Rübe an Zucker.

Bei gleichzeitiger Untersuchung zahlreicher Proben benutzt man zweckmäßig einen in der Weise zusammengestellten Apparat, wie ihn Fig. 100 zeigt.

Wasserverfahren (nach Pellet).

3. Kalte Digestion.

a) Methode Krüger[1].

Die nachstehend beschriebene Methode besitzt die Eigentümlichkeit, daß von der Abwägung einer Normalgewichtsmenge ganz abgesehen wird.

Krüger geht von der Voraussetzung aus, daß der durchschnittliche Saftgehalt der Rübe 95 Proz. beträgt. Es berechnet sich also nach dem Ansatz $100 : 95 = 26 : x$ für den Betrag des Normalgewichtes von 26,0 g Rübenbrei: $26{,}0 \times 0{,}95 = 24{,}7$ g Saft, dessen Menge bei Annahme eines durchschnittlichen spezifischen Gewichtes von 1,07 einen Raum von $\frac{24{,}7}{1{,}07} = 23{,}12$ ccm einnimmt.

Da man bei der Polarisationsmethode 26,0 g zuckerhaltiger Substanz zu 100 ccm Flüssigkeit lösen oder verdünnen muß, um (bei deutschen Apparaten) sofort Zuckerprozente abzulesen, so sind jene 23,12 ccm Saft mit 76,88 ccm Wasser zu versetzen, um 100 ccm Flüssigkeit zu erhalten, deren Polarisation den Zuckergehalt der Breimenge von 26,0 g ohne weiteres anzeigen würde.

Auf 76,88 ccm Wasser kommen somit 26,0 g Brei, das ist ein Verhältnis wie 2,957 : 1 oder nahezu wie 3 : 1.

Dieses nach Krüger „wenn auch theoretisch vielleicht nicht ganz richtige, aber praktisch zutreffende" Verhältnis bildet die Grundlage des Verfahrens. Man verwendet eine gewisse, in einer besonders konstruierten Pipette abgemessene Wassermenge und wägt dazu den dritten Teil des Wassergewichtes an Rübenbrei ab. Von einer bestimmten Normalgröße der Pipetten kann deshalb für gewöhnlich ganz abgesehen werden. Angenommen, eine Pipette faßt 78,5 ccm Wasser (durch Auswägung oder Messung ermittelt), so hat man $\frac{78{,}5}{3} = 26{,}166$ g Brei abzuwägen. Zu jeder Pipette gehört also ein bestimmtes, nur für sie gültiges Breigewicht.

---

[1]) „Deutsche Zuckerindustrie" 1896, S. 2434.

Eine dazugehörige, von Frühling konstruierte und in jeder Beziehung vorzüglich arbeitende Pipette und ihre Aufstellung zeigt Fig. 101 [1]). Ein doppelt durchbohrter Glashahn läßt bei wagerechter Stellung des Hahngriffes aus dem hochstehenden Behälter in die Pipette Wasser eintreten, welches mit einem gewissen Prozentsatz Bleiessig, 5 Tle. auf 200 Tle. Wasser, vermischt ist. Eine mit Kalistückchen gefüllte Röhre sichert dieses „Bleiwasser“ vor der Absorption von Kohlensäure aus der eintretenden Luft.

Fig. 101.

Die Kugel der Pipette ist gefüllt, die erforderliche Wassermenge also genau abgemessen, sobald auch nur ein Tropfen „Bleiwasser“ aus dem dünnen Aufsatzrohr überlief; eine Drehung des Hahnes schließt dann den weiteren Zulauf ab und läßt gleichzeitig infolge der zweiten Hahnbohrung die abgemessene Flüssigkeitsmenge in ein darunter gestelltes Gefäß ablaufen. Die kleine Menge des oben übergetretenen Bleiwassers sammelt sich in der hinter der Pipette befindlichen Flasche *b* und wird demnächst wieder benutzt; eine Schrägstellung des Hahnes ermöglicht, wenn erforderlich, die sofortige und dauernde Unterbrechung von Zu- und Ablauf, die durch einen Quetschhahn unterstützt werden kann.

Beim Gebrauch benutzt man am besten Breigefäße von Nickel in der in der Figur angegebenen Form, die sämtlich auf genau gleiches Gewicht gebracht werden, somit nur ein gemeinschaftliches Taragewicht erfordern, und wägt von den bereitstehenden Breiproben in jede Schale

[1]) Kugelmeßpipette mit selbsttätiger Einstellung von Frühling, D. R. G. M. 213 279.

diejenige Menge Brei ab, welche dem Inhalt der betreffenden Pipette entspricht. Jeder Pipette ist dazu ein (für sie allein) passendes Gewichtstück beigegeben. Dann läßt man in jedes Gefäß die abgemessene Menge „Bleiwasser" einlaufen, was durch die Einrichtung des Hahnes, der zwei Anschläge besitzt, die seine Drehung begrenzen, überaus schnell vor sich geht. Mittels kleiner Glasstäbchen, die in den Schalen belassen werden, wird der Inhalt der Breigefäße gut gemischt, nach Verlauf weniger Minuten filtriert und polarisiert. Die — bei Verwendung einer 200-mm-Röhre — abgelesene Zahl ist der Zuckergehalt der untersuchten Breiprobe.

Der Polarisationsapparat ist für Arbeiten dieser Art am besten mit der S. 66 erwähnten Durchflußröhre zu versehen.

Die Krügersche Methode ist für Massenuntersuchungen bestimmt — bei Bezahlung der Rüben nach Zuckergehalt, für Samenzuchtstationen — und dazu sehr brauchbar, da sie, wie leicht ersichtlich, bei geeigneten Einrichtungen ein äußerst schnelles Arbeiten ermöglicht. Auf wissenschaftliche Genauigkeit macht sie keinen Anspruch.

Der Apparat wird für Anwendung ungefährer Mengen von 50, 25, 12 und 6 g Rübenbrei (letztere Größen für Untersuchung von Samenrüben) gebaut[1]). Nach längerem Gebrauch muß die Pipette gelegentlich durch Eingießen von Essigsäure oder verdünnter Salpetersäure von den aus dem „Bleiwasser" sich ansetzenden Krusten von Bleikarbonat gereinigt werden.

b) Methode Sachs-le Docte.

Man wägt von dem feingeschliffenen Brei die Normalgewichtsmenge = 26,0 g auf einem kleinen, etwa 10 cm langen, muldenförmig gebogenen Tarierblech ab und bringt dasselbe (nach einem Vorschlag von Herzfeld) samt dem Brei in eine aus vernickeltem Eisenblech gefertigte weithalsige Flasche von etwa 11 cm Höhe und 6 cm Durchmesser. Unmittelbar darauf fügt man mittels einer, wie unter 3 a) beschrieben, großen Kugelmeßpipette 177 ccm bleiessighaltigen Wassers hinzu, verschließt die Flasche mit einem gut passenden, mit Stanniol umkleideten Korkstopfen, schüttelt kräftig durch, filtriert und polarisiert[2]).

---

[1]) Für die Untersuchungsmethoden 3 b) (s. oben), 4, S. 252, S. 264 und S. 266 werden auch Kugelmeßpipetten von 177 ccm Inhalt hergestellt.

[2]) Zeitschrift 1909, S. 627. Die von Sachs-le Docte zu dieser Methode empfohlenen Apparate sind den oben beschriebenen Kugelmeßpipetten im wesentlichen gleich, anstatt der Blechflaschen werden Blechkapseln mit durch Gummikappen gehaltenen Deckeln benutzt. (Procédé Sachs-le Docte par Armand le Docte, Paris 1909.)

An Stelle der Herzfeldschen Blechflaschen mit dem nicht immer sichern Korkverschluß und den französischen Kapseln mit Gummikappen benutzen wir sehr zweckentsprechend die bekannten, im Handel überall käuflichen, innen mit dauerhaftem Lack versehenen „Konservedosen mit

Bei Benutzung eines 200-mm-Rohres sind die abgelesenen und verdoppelten Grade auch die Prozente Zucker in der Rübe; bei Anwendung eines 400-mm-Rohres liest man ohne weiteres Prozente ab.

Die Zahl 177 ergibt sich nach der Berechnung von F. Sachs wie folgt: Sachs nimmt an, daß der Rübenbrei im Durchschnitt aus 4,75 Proz. Mark und 95,25 Proz. Saft besteht. Demnach enthalten 26,0 g Brei = 24,8 g Saft. Man müßte also zu diesen 24,8 g Saft 175,2 g Wasser hinzufügen, um 200 g zuckerhaltiger Flüssigkeit aus 26,0 g Rübenbrei herzustellen.

Bei der Annahme eines Zuckergehalts in der Rübe von 12 Proz. bis 17 Proz. und einer dementsprechenden Reinheit von 84,7 bis 89,3 berechnet Sachs einen Mittelwert von 23,1 ccm Saft in 26,0 g Rübenbrei und dementsprechend einen Zusatz von 176,9 ccm Wasser, um 200 ccm zuckerhaltiger Flüssigkeit aus 26,0 g Rübenbrei — also das Normalgewicht zu der doppelten Menge Wasser — herzustellen. Anstatt der Zahl 176,9 kann man selbstverständlich, ohne einen nennenswerten Fehler zu begehen, die Zahl 177 setzen.

Bei gleichzeitiger Ausführung mehrerer Proben benutzt man numerierte Blechgefäße und beschafft ebensoviele Tarierbleche, als Gefäße vorhanden sind. Zur Erleichterung und Beschleunigung des Abwägens werden diese Bleche sämtlich durch Abschneiden kleiner Anteile auf genau gleiches Gewicht gebracht.

4. Warme Digestion.

Diese Methode läßt, wie schon oben bemerkt, auch die Verwendung eines groben (mit Hackmaschine „gewursteten") Breies zu. Die Ausführung folgt zunächst genau den Vorschriften unter 3 b bei Anwendung derselben Mengen Brei und Wasser und mit Benutzung derselben Geräte. Man hat nur Sorge zu tragen, daß der Verschluß der Blechgefäße derartig dicht und gut ist, daß bei dem Erwärmen des Inhalts keine Verdunstung von Wasser eintreten kann.

Nach kräftigem Schütteln der mit 26,0 g Brei und 177 ccm Wasser gefüllten Gefäße stellt man sie in ein auf 75 bis 80° C erwärmtes Wasserbad, beläßt sie darin 30 Minuten, kühlt die verschlossen gehaltenen Gefäße durch Einsetzen in kaltes Wasser auf 20° C ab und kann dann sofort filtrieren und polarisieren. Die Berechnung ist wie bei 3 b angegeben.

Bei Einzeluntersuchungen, oder wenn die erwähnten Blechgefäße nicht vorhanden, spült man mit Hilfe einer Spritzflasche 26,0 g Rübenbrei von der Neusilberschale (Fig. 93, S. 243) in einen mit Halserweiterung versehenen Maßkolben, dessen Marke 200,6 ccm Inhalt anzeigt, fügt 5

Eindrückdeckel", von 12 cm Höhe und 7 cm Durchmesser. Die Deckel schließen vorzüglich, passen, weil mit demselben Maschinenstempel hergestellt, auf jede Dose gleicher Größe, und Dosen und Deckel sind leicht zu reinigen und zu trocknen. Sie haben außerdem den Vorzug größter Billigkeit.

bis 6 ccm Bleiessig hinzu, mischt durch Umschwenken, füllt den Kolben mit Wasser bis fast zur Marke und erhitzt ihn in kochendem Wasserbade eine halbe Stunde lang. Der Kolben muß während der ganzen Zeit der Erwärmung bis über die Marke von kochendem Wasser bedeckt sein, ein mit passendem Ausschnitt versehener Doppelboden im Wasserbade muß sein Feststehen sichern. Nach dem Erkalten auf 20° C schlägt man mit einigen Tropfen Äther etwa vorhandenen Schaum nieder, füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt, filtriert und polarisiert. Die Berechnung ist der vorstehenden gleich.

Diese Methode darf als sehr zuverlässig bezeichnet werden.

Die Untersuchung der zur Samenzucht bestimmten Rüben (Stecklings-, Samen-, Mutterrüben) beschränkt sich lediglich auf die Bestimmung des Zuckergehaltes und bietet bei Anwendung der vorbeschriebenen Methoden nur insofern gewisse Schwierigkeiten, als der einzelnen Rübe, welche ja wieder ausgepflanzt und zur Samenzucht verwendet werden soll, nur ein sehr geringer Anteil entnommen werden kann, welcher in seiner Zusammensetzung die der ganzen Wurzel möglichst getreu darstellen muß, ohne daß dabei die Verletzung die demnächstige Verwendung der Rübe auf dem Felde und ihr Wachstum beeinträchtigen darf.

Zur Gewinnung des erforderlichen Breies dient hier ohne Zweifel am besten die oben beschriebene Bohrmaschine (Patent Rob. Keil), welche nicht nur den Brei in der erforderlichen feinen Zerteilung („geschliffen") liefert, sondern auch die Rübe tunlichst schont und dabei eine saubere und sehr schnelle Arbeit ermöglicht.

Den erwähnten Umständen gemäß kann man höchstens 10,0 g Brei verwenden, und wählt zur Untersuchung am zweckmäßigsten die Krügersche Methode mit einer kleinen Kugelmeßpipette. Die Arbeit selbst regelt sich nach obigen Angaben.

Die Entscheidung, welche von den vorbeschriebenen Methoden der Zuckerbestimmung in der Rübe vorzuziehen sei, fällt, was Richtigkeit anbetrifft, zugunsten der Alkoholverfahren aus[1]).

Für die Untersuchungen in den Fabriken und für Massenuntersuchungen wird man indessen immer am zweckmäßigsten die wässerige, wenn möglich die warme Digestion, ihrer Einfachheit, Schnelligkeit und Billigkeit halber, wählen.

B. Bestimmung des Saftgehaltes.

Die Rübe besteht im allgemeinen aus Mark, unter welcher Bezeichnung man die gesamte Zellsubstanz oder die unlöslichen Bestandteile der Rübenwurzel zusammenfaßt (etwa 4 bis 5 Proz.), und dem wässerigen Zelleninhalt, dem Saft (etwa 96 bis 95 Proz. vom Gewicht

[1]) Claassen, Zeitschr. f. angew. Chemie 1909, S. 1201.

der Rüben). Die Bestimmung der Menge dieses Saftes geschieht am einfachsten indirekt durch eine gewichtsanalytische Bestimmung des Markgehaltes. Man ermittelt denselben durch vollständiges Auslaugen einer gewogenen Menge von frischem Rübenbrei.

20,0 g eines möglichst feinen und von gröberen Stücken gänzlich freien Breies werden mittels des oft erwähnten, tarierten Kupferbleches auf einer guten Wage schnell (um Verdunstung von Wasser zu ver-

Fig. 103.

Fig. 102.

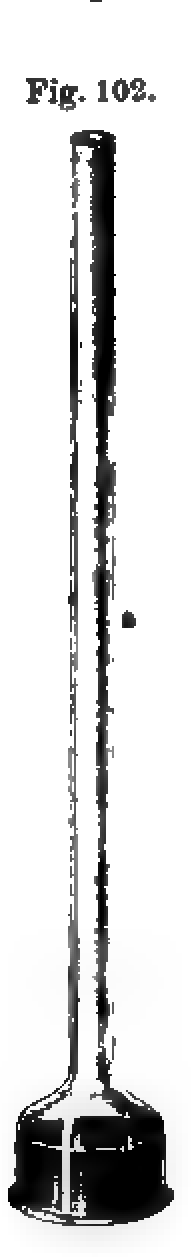


Fig. 104.

meiden) abgewogen, in eine etwa 500 ccm fassende Schale oder in ein Becherglas gespült und mit 300 bis 400 ccm kaltem Wasser eine halbe Stunde in Berührung gelassen. Nach Ablauf dieser Zeit saugt man die dunkel gefärbte Flüssigkeit mittels eines Filzfilters ab.

Ein solches Filzfilter[1]), wie es Fig. 102 zeigt, ermöglicht für diese und ähnliche Zwecke ein sehr schnelles, bequemes und verlustfreies Arbeiten. Die Saugröhre *a* trägt in ihrer unteren Erweiterung

[1]) Frühling, Zeitschr. f. analyt. Chemie 1874, S. 146.

(von 15 mm Weite) einen eng anschließenden Pfropfen von feinem Filz und steht am anderen, oberen Ende in Verbindung mit einem größeren, starkwandigen Gefäße *b*, Fig. 103, in welchem durch eine Wasserstrahlluftpumpe (S. 113) oder eine ähnliche Vorrichtung eine Luftverdünnung erzeugt wird.

Infolgedessen wird die Flüssigkeit aus der Schale oder dem Becherglase nach *b* gezogen und durch die Filzeinlage vorzüglich filtriert. Sobald der Rückstand in *c* trocken erscheint, streift man den Gummischlauch von *a* ab, gießt neues Wasser auf den Rückstand und laugt so oft und so lange aus, als noch lösliche Stoffe an das Wasser abgegeben werden. Zuletzt wendet man heißes, destilliertes Wasser an und bringt schließlich die rückständige, farblose Masse auf ein vorher getrocknetes und im Filtertrockenglase, Fig. 104, gewogenes Filter[1]).

Nachdem alle Reste aus der Schale oder dem Glase mitttels der Spritzflasche in das Filter zusammengespült worden sind, übergießt man das ausgewaschene Mark zwei- oder dreimal mit Alkohol von 90 Proz., verdrängt denselben mit kleinen Mengen Äther, läßt die letzten Reste desselben tunlichst vollständig an der Luft abdunsten und bringt den Trichter mit Inhalt in den erwärmten Trockenschrank. Hier wird anfangs bei mäßiger Temperatur, später bei 100 bis 110° C getrocknet. Es darf sich kein gefärbter oder gar klebriger Rand im Papier zeigen, es würde dies natürlich ein Beweis sein, daß nicht vollkommen ausgesüßt wäre, und es bleibt in solchem Falle nichts weiter übrig, als das Filter und seinen Inhalt aufs neue mit heißem, destilliertem Wasser auszuwaschen.

Wenn der Rückstand auch bei länger fortgesetztem Trocknen nicht mehr an Gewicht verliert — was durch zwei- oder dreimaliges Wägen im Filtertrockenglase festzustellen ist —, so bestimmt man das Gewicht genau, verascht darauf Mark und Filter im Platintiegel und bringt den geringen Rückstand (Sandkörnchen und dergleichen), abzüglich des Gewichtes der Filterasche, in Abrechnung. Den Rest berechnet man als Mark auf Prozente und findet den Saftgehalt der untersuchten Rüben als Differenz dieser Zahl von 100.

Beispiel. 20,0 g Rübenbrei sind ausgelaugt worden.

---

[1]) Man hält für solche und ähnliche Arbeiten „getrocknete Filter" vorrätig. Rund geschnittene, zweimal gefaltete Filter trocknet man eine Stunde im Trockenschranke bei 110° C, bringt sie, noch warm, einzeln in das gleichfalls erwärmte Filtertrockenglas, Fig. 104, läßt offen im Exsikkator erkalten und wägt mit aufgesetztem Deckel. Den Gewichtsbetrag von Filter und Glas schreibt man mit Bleistift auf das Filter selbst. Selbstverständlich muß man das demnächst benutzte Filter mit der darauf befindlichen Substanz bei derselben Temperatur wieder trocknen und in demselben Glase wieder wägen, in welchem man es vorher gewogen hatte. Die Filtertrockengläser sind von dünnem Glase gefertigt, die eingeschliffenen Stopfen hohl, so daß das Ganze nur ein geringes Gewicht besitzt.

Nach völligem Trocknen wiegt Glas + Filter + Mark	35,998 g,
Glas + Filter	35,124 g,
Rückstand . . .	0,874 g.

Beim Veraschen desselben wurden folgende Zahlen gefunden:

Tiegel mit Asche	21,384 g,
Tiegel	21,377 g,
Tiegelinhalt . .	0,007 g,
ab Filterasche	0,003 g,
Asche (Sand) . .	0,004 g.

Dieser Betrag von dem des oben gefundenen „Rückstandes“ in Abzug gebracht, läßt 0,874 — 0,004 = 0,870 g reine Marksubstanz finden.

$$20{,}0 : 0{,}870 = 100 : x,$$
$$x = 4{,}35 \text{ Proz. Mark.}$$

Demnach waren in dem untersuchten Rübenbrei vorhanden:

4,35	Proz. Mark,
95,65	„ Saft,
100,00	Proz.

C. Bestimmung des Wassergehaltes.

In eine flache Porzellanschale (Fig. 74, S. 185), deren Gewicht einschließlich eines kleinen Glasstabes festgestellt ist, wägt man 10,0 bis 15 g frischen Rübenbrei schnell ab, breitet ihn tunlichst in der Schale aus und trocknet zwei Stunden bei 50 bis 60° C. Die halbtrockene Masse wird dann mit dem Glasstabe gründlich gemischt, so daß keine Klümpchen vorhanden sind, und schließlich bei 110° C im Trockenschranke bis zur Gewichtsbeständigkeit erhitzt. Der zurückbleibende Rest wird als Trockensubstanz angegeben, der Unterschied zwischen ihrem Gewicht und dem der abgewogenen Menge Brei ist der gesuchte Wassergehalt.

Hat man „geschliffenen“ Brei, so klebt derselbe infolge seiner sehr großen Feinheit bei dem eben beschriebenen Trocknen leicht derartig zusammen, daß die inneren Anteile ihre Feuchtigkeit nicht abgeben können.

In diesem Falle verfährt man, wie S. 184 bei dem Trocknen von Füllmassen und dergleichen vorgeschrieben, und trocknet mit Sandzusatz.

Beispiel. 10,0 g gewöhnlicher Rübenbrei ergaben nach dem Trocknen folgende Wägungsergebnisse:

Schale mit Glasstab und Trockensubstanz	56,760 g,
Schale mit Glasstab, leer	54,788 g,
Trockensubstanz . .	1,972 g.

Danach berechnen sich:

19,72 Proz. Trockensubstanz,
80,28 „ Wasser,

100,00 Proz.

D. Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Qualitative Prüfung. Von dem zum Zwecke der Polarisation nach einer der unter A S. 241 beschriebenen Methoden hergestellten Filtrate werden 20 ccm mit 1 ccm Fehlingscher Lösung versetzt und zwei Minuten lang im Reagenzrohre gekocht. Ist danach die Flüssigkeit noch blau oder gibt sie nach Zusatz von Essigsäure mit Ferrocyankaliumlösung noch eine rote Fällung oder Färbung, so ist Invertzucker nicht oder nur in so kleiner Menge vorhanden, daß er unberücksichtigt bleiben kann.

Quantitative Bestimmung. Die Ausführung dieser Untersuchung erfolgt nach der auf S. 223 unter E gegebenen Vorschrift mittels der Titriermethode.

Man bringt 110 g eines aus Schnitzeln oder Rüben hergestellten geschliffenen oder feingeriebenen Breies unter Zusatz von 10 bis 15 ccm Bleiessig und 1 bis 2 g gefällten, trockenen, kohlensauren Kalk in einen 500-ccm-Kolben und erwärmt etwa eine Stunde lang in kochendem Wasserbade. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt, gemischt und nach einigem Absetzen der ziemlich klare und fast neutral reagierende Saft, ohne Filtration, abgegossen. In einem Maßkolben mit Doppelmarke (100/110 ccm) werden 100 ccm desselben (entsprechend 22 g Brei) mit noch so viel Bleiessig, als zur vollständigen Klärung notwendig, und Wasser auf 110 ccm gebracht, gemischt und filtriert, worauf man 100 ccm dieses Filtrates (= 20 g Brei) mittels Pipette in einen 200-ccm-Kolben abmißt und so viel Natriumkarbonatlösung zur Ausfällung des Bleies hinzufügt, bis auf neuen Zusatz weitere Fällung nicht erfolgt. Man füllt mit Wasser zur Marke, mischt und filtriert. 100 ccm dieses Filtrates, welche nunmehr den gesamten Zucker aus 10,0 g Rüben enthalten, dienen zur Titration mit Fehlingscher Lösung, für welche der Titer unter gleichen Verdünnungsverhältnissen und bei Gegenwart von 1,5 g Rohrzucker (dem durchschnittlichen Gehalt an Rohrzucker in 10 g Zuckerrübe) genau nach S. 120 festgestellt war [1]).

Beispiel. Es bedurften bei der Titerstellung der Fehlingschen Lösung 10,0 ccm derselben bis zur völligen, durch die Prüfung mit Blutlaugensalzlösung angezeigten Reduktion = 21,9 ccm einer Invertzuckerlösung, von welcher 1,0 ccm = 0,002 g Invertzucker enthielt.

Die Titration der nach obenstehenden Verfahren schließlich verwendeten 100 ccm Filtrat (= 10,0 Rübe) erforderte 16,4 ccm jener

[1]) Claassen, „Deutsche Zuckerindustrie“ 1893, S. 137.

Invertzuckerlösung. Danach sind 21,9 — 16,4 = 5,5 ccm derselben weniger gebraucht als bei der Titerstellung und somit 5,5 × 0,002 = 0,011 g Invertzucker in der zur Untersuchung gelangten Rübenbreimenge (10,0 g) vorhanden gewesen.

Der Prozentgehalt des betreffenden Rübenbreies an Invertzucker beträgt also das Zehnfache = 0,11 Proz.

Saftuntersuchung. Wenn neben der Untersuchung einer Rüben- oder Schnitzelprobe auf Zuckergehalt eine weitergehende Feststellung der Saftbestandteile, die Bestimmung der Asche, des organischen Nichtzuckers und des Reinheitsquotienten erforderlich wird, so ist man genötigt, zur Gewinnung des Saftes den hergestellten Brei abzupressen.

Fig. 105.

F

Die Methode leidet sehr unter dem Umstande, daß die Zusammensetzung des so gewonnenen Saftes von der jeweiligen Feinheit des Rübenbreies und der Stärke des von der Presse ausgeübten Druckes beeinflußt wird. Bei vergleichenden Untersuchungen sind deshalb stets tunlichst gleiche Verhältnisse einzuhalten.

Man benutzt eine stark wirkende Spindelpresse, besser noch eine mit Manometer versehene und somit Druckregelung ermöglichende hydraulische Presse.

Die Fig. 105 zeigt Vorder- und Seitenansicht einer zu diesem Zwecke sehr geeigneten hydraulischen Laboratoriumspresse für Handbetrieb. Beim Gebrauch wird zunächst die obere, senkrechte Schrauben-

spindel *A* in die Höhe, die untere, wagerechte *B* herausgedreht, der auf beiden Seiten offene Siebzylinder *C* mit dem mit Rübenbrei gefüllten Preßbeutel beschickt und durch das Niederschrauben der oberen Spindel der Saft, so weit wie tunlich, abgepreßt. Er läuft durch die Sieböffnungen in die Schüssel *D* und durch eine daran befindliche Tülle in ein untergestelltes Gefäß. Den letzten starken Druck bewirkt man schließlich durch das langsame Eindrehen der wagerechten Spindel *B* in den inneren, mit Glyzerin gefüllten Hohlraum des Fußes, wodurch ein Preßstempel *E* in entsprechender Weise gehoben und samt dem im Siebgefäße befindlichen Preßkuchen gegen die Preßfläche der oberen Spindel gedrückt wird. Der ausgeübte Druck wird durch das seitlich angebrachte Manometer kontrolliert und kann bis zu 300 Atmosphären gesteigert werden.

Erfahrungsgemäß weicht der von der Presse zuerst ablaufende Saft von den zuletzt abgepreßten Anteilen in der chemischen Zusammensetzung nicht unerheblich ab und es darf deshalb ein genügendes Durchmischen des gewonnenen Saftes niemals unterbleiben.

Starkes Schütteln und Rühren ist dabei zu vermeiden, um den lästigen Schaum nicht allzu sehr zu vermehren. Um den Saft von etwa beigemischten Fasern (Pülpen) zu befreien, gießt man ihn durch ein trockenes, leinenes Tuch oder durch ein Filter von feinem Messingdrahtgewebe, welches, wie ein Papierfilter gebogen, durch einen gewöhnlichen Glastrichter gehalten wird, in das S. 207 dargestellte Gefäß, aus dem man nach genügender, mittels der Luftpumpe bewirkter Entluftung die zur Untersuchung benötigten Mengen abzieht.

Die Ausführung der Saftanalyse selbst findet sich im Abschnitt 3, S. 206 u. f. beschrieben.

Zusammenstellung der Untersuchungsergebnisse.

Eine vollständige Analyse dieser Art würde man zweckmäßig in folgender Weise zusammenstellen:

„Zuckerrüben" (5 Stück),

Wurzelgewicht in Grammen: 785, 801, 855, 910, 995 g.

Zucker in der Rübe (Alkoholextraktion) . . 15,0 Proz.

Im abgepreßten Saft:

Zucker	17,60 Proz.
Wasser	80,20 „
Asche	0,49 „
Organischer Nichtzucker . .	1,71 „
	100,00 Proz.

Dichte des Saftes bei 20° C 1,08419 = 20,2° Brix.

Wirklicher Reinheitsquotient des Saftes: 88,9.

17*

Die im vorstehenden beschriebenen Methoden zur Ermittelung des Zuckergehaltes in der Rübe geben zwar sehr brauchbare Zahlen für die Bewertung derselben, es hat sich aber seit längerer Zeit das Bestreben gezeigt, ein Verfahren ausfindig zu machen, welches die Ermittelung des Reinheitsquotienten im Rübensaft auf eine schnellere und den praktischen Verhältnissen angemessenere Weise gestattet, als das eben beschriebene Preßverfahren ermöglicht.

Eine derartige Methode hat Krause auf die wässerige, warme Digestion des Rübenbreies gegründet, und wenn diese Methode auch nicht ganz einwandfrei ist, so erscheint es doch angezeigt, ihre Beschreibung im nachstehenden zu bringen [1]).

Es wird ein größeres Quantum Rübenbrei mit heißem Wasser behandelt, worauf man nach Abscheidung des Rübenmarkes die Flüssigkeit spindelt und polarisiert. Aus den erhaltenen Zahlen berechnet sich dann in bekannter Weise der scheinbare Reinheitsquotient und die Stammersche Wertzahl.

Krause hat für diese Zwecke eine besondere Spindel konstruiert, ein Saccharometer mit Thermometer und Temperaturkorrektionstabelle, welches in seinem Stengel zwei nebeneinander befindliche Skalen besitzt, deren eine die Grade Brix (oder Balling) der gespindelten Flüssigkeit anzeigt, während die andere, mit „Kr." (d. h. „Krause") bezeichnet, diejenigen Grade Brix ablesen läßt, oder was dasselbe ist, diejenige scheinbare lösliche Trockensubstanz, welche für den ursprünglich in dem verwendeten Rübenbrei vorhanden gewesenen Saft vor dessen Verdünnung mit dem Digestionswasser sich berechnet [2]).

Nach eingehender Prüfung aller bei dem Verfahren in Betracht kommenden Einzelheiten ist folgende Ausführungsvorschrift ausgearbeitet worden:

„Es werden 104,0 g (das vierfache Normalgewicht) des mittels einer bewährten Zerkleinerungsmaschine beliebiger Konstruktion hergestellten, schwartenfreien Rübenbreies, dessen Feinheit von der des „geschliffenen" Breies bis zu derjenigen, welche durch ein Handreibeisen von 5 mm Lochweite erhalten wird, schwanken kann, in einem Digestionskolben

---

[1]) Krause, Österr-Ungar. Zeitschrift für Zuckerindustrie 1899, S. 486; vgl. auch Feldges, Zeitschrift 1900, S. 209.

[2]) Für diese Berechnung hat Krause angenommen, daß die Markmenge von 26,0 g Rübenbrei 0,7 ccm Raum einnimmt und 1,05 g wiegt, und findet daraus, unter Berücksichtigung der bei der Digestion stattfindenden Verdünnung des ursprünglichen Saftes und auf Rübenbrei bezogen, daß eine Saccharometerangabe des unverdünnten Saftes von 11° Brix durch die stattgehabte Verdünnung auf 2,8288° Brix herabgeht. Der Teilstrich 2,83 der Saccharometerskala befindet sich somit in gleicher Höhe mit dem Teilstrich 11,0 der „Kr."-Skala. Nach diesem Verhältnis sind die anderen Grade geteilt. Um die Skaleneinteilung möglichst weitläufig und dadurch sichere Ablesungen zu erhalten, sind die Grade von 10 bis 24 — es wird die Dichte des Saftes sich immer in diesen Grenzen halten — auf drei Spindeln verteilt.

mit Marke für 402,8 ccm[1]) gebracht, worauf die in der Tarierschale verbliebenen Reste mittels heißen Wassers von etwa 90° C in den Kolben nachgespült werden. Der Kolben wird hierauf zu drei Viertel Teilen seines Inhaltes mit heißem Wasser angefüllt und sofort in ein auf 90° C erhitztes Wasserbad eingesetzt. Durch zeitweiliges Drehen und Umschwenken des Digestionskolbens im Wasserbade wird die in dem Brei eingeschlossene Luft an die Oberfläche der Flüssigkeit getrieben. Nach 20 Minuten werden die Luft- und Schaumblasen, indem man dabei den Kolben aus dem Wasserbade hebt, durch möglichst wenig Äther entfernt, der Kolben wieder in das Wasserbad eingesetzt, mit heißem Wasser von nahezu 90° C bis etwa 1 ccm über die Marke aufgefüllt und 10 Minuten bei der Temperatur von 90° C ruhig stehen gelassen. Die etwa noch aufsteigenden und sich am Kolbenhalse ansammelnden Luftblasen werden durch ein paar Tropfen Äther leicht entfernt. Nach Beendigung des Versuches, der insgesamt 30 Minuten gewährt hat, wird der Kolben aus dem Wasserbade genommen und sein Inhalt auf 17,5° C abgekühlt. (Bei abweichender Temperatur müssen später die an den Spindeln angegebenen Korrektionen berücksichtigt werden.) Nach dem Abkühlen wird der Kolbeninhalt genau bis zur Marke aufgefüllt, kräftig durchgeschüttelt und durch einen so engmaschigen Drahttrichter filtriert, daß das Mark vollständig zurückgehalten wird. Zur Vermeidung der beim Umschütteln des Kolbeninhaltes auftretenden zahlreichen Schaumblasen, die zum Teil mit in das Filtrat gehen, empfiehlt es sich, dieses Filtrat nochmals vorsichtig über den im Drahttrichter befindlichen Rübenbrei aufzugießen. Die letzten Schaumblasen werden sodann durch Filtrierpapier entfernt, der Rübensaft in einen Zylinder gegossen und mit dem oben erwähnten Krauseschen Aräometer gespindelt. Danach mißt man 100 ccm dieses Saftes in ein mit Marke für 100/110 ccm versehenes Maßkölbchen ab, klärt wie üblich mit Bleiessig, füllt auf 110 ccm auf, filtriert und polarisiert bei 20° C. Der bei Verwendung von 200-mm-Röhren um $^1/_{10}$ vergrößerte Polarisationsbetrag gibt die Prozente Zucker in der Rübe an[2])."

Beispiel. Die Spindelung des Saftes ergab bei 17,5° = 18,45° Brix an der „Kr."-Skala der Krauseschen Spindel, die Polarisation (um $^1/_{10}$ des Betrages für den Bleiessigzusatz vermehrt): 14,4. Der scheinbare Reinheitsquotient des Saftes ist somit:

$$18{,}45 : 14{,}40 = 100 : x,$$
$$x = 78{,}04.$$

[1]) Das Markvolumen beträgt nach Krause $4 \times 0{,}7 = 2{,}8$ ccm.

[2]) Stift, Österr.-Ungar. Zeitschrift für Zuckerindustrie 1901, S. 683. Da die größere oder geringere Feinheit des Rübenbreies, die Temperatur und die Zeitdauer der Digestion die Resultate wesentlich beeinflussen, so ist es ratsam, die Angaben obiger Vorschrift sorgsam einzuhalten, um Vergleichszahlen zu bekommen. Vgl. auch Ehrlich, Zeitschrift 1901, S. 3 und Stiepel, daselbst 1902, S. 493; sowie die „Beschlüsse der österr.-ungar. Chemiker". Österr.-Ungar. Zeitschrift f. Landwirtschaft und Industrie 1908, S. 584.

6. Scheideschlamm (Preßschlamm).

Der bei der Behandlung der Rübensäfte mit Kalk und bei den Saturationen abfallende Schlamm aus den Filterpressen enthält, selbst bei sehr gutem Abpressen und Aussüßen, stets noch eine gewisse Menge Zucker, und zwar teils frei in Form von wässeriger Zuckerlösung, teils in chemischer Verbindung als Saccharat, als Zuckerkalk. Der hierdurch der Fabrik erwachsende Zuckerverlust bedarf einer unausgesetzten Kontrolle, um ihn gewisse Grenzen nicht überschreiten zu lassen; es ist daher die Bestimmung des Zuckers im Scheideschlamm eine Untersuchung von großer Wichtigkeit, die sich im Fabrikbetriebe täglich wiederholt.

Die in den Pressen zurückbleibenden Schlammkuchen sind nicht an allen Stellen von gleichmäßiger Beschaffenheit. Sie sind meist im Innern und an den Rändern feuchter, somit zuckerhaltiger als an der Oberfläche und in der Mitte, und diese Verhältnisse sind bei der Probenahme sorgfältig zu berücksichtigen. Man entnimmt deshalb zu einer Untersuchung Proben von mehreren Preßkuchen und von den verschiedensten Stellen derselben und stellt aus diesen durch Zusammenreiben in einer großen Porzellanreibschale ein gleichartiges Durchschnittsmuster her.

Man bestimmt in diesem den in freiem Zustande befindlichen Zucker und den Gesamtzucker, und erhält als Unterschied zwischen beiden Beträgen den in Form von Saccharat vorhandenen Zucker.

Um die richtige Aussaturierung zu kontrollieren, bestimmt man gelegentlich auch die Alkalität des Schlammes.

A. Bestimmung des Gehaltes an freiem Zucker.

Man wägt auf dem Tarierblech 47 g des gut gemischten Schlammes ab, bringt ihn in eine mit Ausguß versehene, nicht zu große, innen glasierte Reibschale, fügt etwas Wasser hinzu, mit dem man zugleich die auf dem Blech verbliebenen Reste in die Reibschale einspült, und rührt mit dem Pistill den Brei vorsichtig an. Die entstandene Flüssigkeit gießt man in einen 200-ccm-Kolben mit Halserweiterung, Fig. 92, S. 242, ab und verreibt die Reste in der Reibschale so lange mit kleinen Mengen Wasser, bis der abgewogene Schlamm verlustlos in den Kolben übergeführt ist. Dann füllt man ihn mit Wasser bis zur Marke, mischt, filtriert und polarisiert.

Bei dem angegebenen Mengenverhältnisse geben die abgelesenen Grade (deutscher Apparate) bei Benutzung eines 200-mm-Rohres *ohne weiteres den Prozentgehalt an freiem Zucker im frischen Schlamme*, und zwar gründet sich dieser Umstand auf folgende Betrachtung. Der gewöhnliche Preßschlamm der Rohzuckerfabriken hat im getrockneten Zustande eine Dichte von durchschnittlich 2,3, mithin

erfüllen die in den abgewogenen 47 g Schlamm enthaltenen unlöslichen Stoffe (nach dem Ansatze 2,3 : 1,0 = 47 : x) einen Raum von

$$\frac{47 \times 1{,}0}{2{,}3} = 20{,}4 \text{ ccm.}$$

Es sind also nach dem Auffüllen des 200-ccm-Kolbens bis zur Marke nicht 200 ccm Flüssigkeit darin, sondern nur 200 — 20,4 = 179,6 ccm, welche den in den 47 g Schlamm vorhanden gewesenen freien Zucker in Lösung halten.

Um bei Anwendung eines 200-ccm-Kolbens ohne weiteres Prozente Zucker in einer löslichen zuckerhaltigen Substanz am Apparat ablesen zu können, muß man bekanntlich das doppelte Normalgewicht, 26,0 × 2 = 52,0 g, abwägen und lösen, zu der oben berechneten Flüssigkeitsmenge von 179,6 ccm würden aber (nach dem Ansatze: 200 : 52,0 = 179,6 : x) nur 46,8 g erforderlich sein.

Anstatt dieser Zahl kann man jedoch, ohne bei diesem Untersuchungsmaterial einen wesentlichen Fehler zu begehen, rund 47 g, wie oben angegeben, abwägen.

Selbst bei einem Mehr- oder Mindergehalt von 10 Proz. unlöslicher Stoffe im Schlamm würde sich bei Annahme von 5 Proz. Zuckergehalt desselben das schließliche Ergebnis der Zuckerbestimmung erst um 0,05 Proz. mehr oder weniger ändern.

Der Gehalt an freiem Zucker im Schlamm kann etwa 0,3 bis 0,5 Proz. betragen.

B. Bestimmung des Gesamtzuckergehaltes.

Von dem wie zu A gutgemischten Schlamm wägt man 30 g (genauer 29,3 g) auf einem für diese Bestimmung besonders aus Aluminium gefertigten kleinen Tarierblech ab, bringt dasselbe ohne weiteres samt dem Schlamm in ein weithalsiges, mit eingeschliffenem Stopfen versehenes Pulverglas von 250 ccm Fassungsraum, fügt 100 ccm einer 10proz. Lösung von kristallisiertem, salpetersaurem Ammon in Wasser hinzu, setzt den Stopfen auf und schüttelt den Inhalt des Glases kräftig und anhaltend durch.

Der Schlamm gleitet durch den Zusatz der Salzlösung sofort von dem Tarierblech ab und zerteilt sich in derselben leicht und schnell, das vorhandene Saccharat wird durch das salpetersaure Ammon zerlegt, es entsteht salpetersaurer Kalk, und Zucker wird frei, gleichzeitig setzen der vorhandene Ätzkalk und das Kalkhydrat des Schlammes auch eine gleichwertige Menge Ammoniak in Freiheit.

Der kohlensaure Kalk des Schlammes bleibt ungeändert und als unlöslicher Bodensatz in der Flüssigkeit[1]).

[1]) Die Anwendung von salpetersaurem Ammon hat J. Ost angegeben (Zeitschrift 1882, S. 659), nach dessen ursprünglicher Vorschrift man 13,024 g Schlamm mit 6 bis 7 g festem Ammonsalz und Wasser auf 100 ccm Flüssigkeit

Nach Verlauf weniger Minuten ist die Umsetzung beendet und der Inhalt des Glases kann sofort auf ein Filter gebracht werden. Das Filtrieren geht vorzüglich vonstatten, das Filtrat ist stets ganz klar und farblos.

Die Flüssigkeit greift infolge ihres Gehaltes an salpetersaurem Ammon und freiem Ammoniak Beobachtungsröhren von Messing stark an und färbt sich durch Kupferaufnahme blau, so daß die Beobachtung im Apparat stark beeinträchtigt sein würde. Man darf aus diesem Grunde nur Beobachtungsröhren von Glas, und zwar am geeignetsten solche mit Fassungen von Hartgummi benutzen.

Unter Benutzung eines 200-mm-Rohres liest man dann, wie bei A, auf der Skala des Polarisationsapparates ohne weitere Rechnung den Gehalt des Schlammes an Gesamtzucker in Prozenten ab.

Setzt man von dem so ermittelten Betrage die nach A gefundene Menge des frei vorhanden gewesenen Zuckers ab, so bleibt als Rest derjenige Anteil, der in Form von Saccharat vorhanden war.

Der Gehalt an Gesamtzucker im frischen Schlamm beträgt etwa 2,0 bis 3,0 Proz.; war ein Gehalt an freiem Zucker bei A = 0,4 Proz. gefunden, so würde, bei 2,6 Proz. Gesamtzucker, sich ein Gehalt von auf 2,2 Proz. Saccharatzucker im Schlamm berechnen.

In Laboratorien, welche im Besitze einer Kugelmeßpipette (S. 251), von 177 ccm Inhalt sind, kann man auch nach Heyer und Herzfeld[1]) derart verfahren, daß man auf 53 g Schlamm in eine angemessen große Reibschale 177 ccm einer 10proz. Lösung von salpetersaurem Ammon einfließen läßt.

Nach innigem Zusammenrühren der Mischung hat sich die oben erwähnte Zersetzung vollzogen, man filtriert sofort und kann das klare Filtrat ohne weiteres zur Polarisation und zur Alkalitätsbestimmung benutzen[2]).

---

bringt und das Filtrat im 400-mm-Rohr polarisiert. Die von uns in obenstehender Weise abgeänderte Vorschrift hat den Vorzug größerer Schlammmenge, gestattet das 200-mm-Rohr und berücksichtigt außerdem die von Ost nicht in Betracht gezogene Beeinträchtigung des Flüssigkeitsvolums durch den ungelösten Schlamm. Diesen Volumverhältnissen in der obenstehenden praktischen Weise Rechnung getragen zu haben, ist das Verdienst Siderskys (Bulletin de l'Association des chimistes de sucrerie etc., 15. Sept. 1884), welcher indessen an Stelle des Ammonsalzes Essigsäure anwandte, durch deren Einfluß leicht sehr dunkle, die Beobachtung erschwerende Filtrate erhalten werden.

Unsere obenstehende Vorschrift vereinigt die Vorteile beider Methoden, ohne deren Mißstände zu teilen; sie läßt das sonst übliche unangenehme Anreiben des schlüpferigen Schlammes in der Reibschale vermeiden und verhindert außerdem jeden Verlust an Ammoniak, dessen Bestimmung nach C für die Ermittelung der Alkalität des Schlammes benutzt wird.

[1]) Deutsche Zuckerindustrie 1909, S. 974.

[2]) Die Wahl der oben angegebenen Mengenverhältnisse stützt sich auf folgende Erwägungen: Frischer Scheideschlamm enthält im Mittel 43,8 Proz. Wasser (Stammers Taschenkalender für Zuckerfabrikanten 1910/1911, S. 121),

C. Bestimmung der Alkalität.

Das bei B erhaltene Filtrat dient neben der Bestimmung des Zuckergehalts auch zu der der Alkalität, indem man durch Titration mit zehntelnormaler Schwefelsäure die Menge des freigewordenen Ammoniaks feststellt. Dasselbe bleibt in der Flüssigkeit gelöst, und bei seiner geringen Menge und bei raschem Arbeiten findet ein Abdunsten nur in unwesentlichem Grade statt. Seine Menge entspricht genau der Menge der im Schlamm vorhanden gewesenen basischen Kalkverbindungen.

Man verwendet 10 ccm des Filtrats (= 2,60 g Schlamm) und verfährt genau wie bei der Bestimmung der Alkalität in Dünnsäften (S. 225). Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Zehntelnormalsäure, mit 0,0028 multipliziert und auf 100 g Schlamm berechnet, ergibt die Kalkalkalität desselben.

Bei normaler Arbeit beträgt sie 0,7 bis höchstens 2,0 Proz.

Über die Bestimmung des Gehalts an kohlensaurem Calcium, an Phosphorsäure, Kali und Stickstoff im Scheideschlamm siehe den Abschnitt „Künstliche Düngemittel“.

7. Rübenrückstände (nasse, ausgelaugte Schnitzel, Preßlinge, Trockenschnitzel, Zuckerschnitzel).

Während in den früheren Jahren die Rübenzuckerfabriken ohne Ausnahme sich bemühten, durch die Diffusion dem zerkleinerten Rohmaterial, den Rübenschnitzeln, den in ihnen vorhandenen Zucker bis auf möglichst geringe Reste zu entziehen und ihn als solchen zu gewinnen, sind, veranlaßt durch die Preisverschiebungen auf dem Zuckermarkte, in neuerer Zeit Verfahren zur Anwendung gelangt (Brühverfahren), bei welchen nur ein Teil des mit den Rüben in die Fabrik gelangten Zuckers als solcher gewonnen wird, während ein anderer Teil

---

die Normalgewichtsmenge von 26,0 g mithin 11,3 g Wasser. Man müßte demnach 88,7 ccm Wasser oder wässerige Ammonnitratlösung hinzufügen, um in den so erzielten 100 ccm Flüssigkeit den in 26,0 g Schlamm vorhandenen Zucker in Lösung zu bekommen. Viel einfacher nun, als ein Abmessen von 88,7 ccm ist ein Zusatz von 100 ccm und man behält dasselbe Verhältnis wie 26,0 : 100, wenn man die Breimenge entsprechend vermehrt. Wägt man 29,3 g Schlamm ab, so hat man darin 12,69 g Wasser, welche mit 100 ccm Nitratlösung 112,69 ccm Flüssigkeit geben. 29,3 : 112,69 ist aber genau dasselbe Verhältnis wie 26,0 : 100 und man wird somit bei der Polarisation auch dieses Filtrates im 200-mm-Rohr ohne weiteres Zuckerprozente ablesen.

Mit Rücksicht auf die Schwankungen in der Zusammensetzung des Scheideschlammes wird man unbedenklich anstatt 29,3 g auch 30,0 g abwägen können. Nahezu dasselbe Verhältnis wie 26 : 100 oder 29,3 : 112,69 ist schließlich auch 53 g Schlamm zu 177 ccm Nitratlösung.

dazu benutzt wird, die Schnitzel mit Zucker sehr erheblich anzureichern und auf diese Weise neben Zucker auch ein Futtermittel von hohem Nährwert und dementsprechendem Preise herzustellen.

Die nach der älteren Arbeitsweise als Abfallprodukt verbleibenden ausgelaugten Schnitzel werden entweder, etwas abgepreßt, in „nassem Zustande" oder durch eine der bekannten Schnitzeltrocknungsanlagen entwässert, als „Trockenschnitzel" abgegeben, die nach dem neueren Verfahren hergestellten „Zuckerschnitzel" aber immer einer nachträglichen Trocknung unterworfen.

Ausgelaugte nasse Schnitzel. Der in den ausgelaugten Schnitzeln in Form einer sehr dünnen Lösung noch enthaltene Zucker gilt dem Fabrikanten selbstverständlich als ein Verlust, der möglichst einzuschränken ist, und aus diesem Grunde bildet die Überwachung und Feststellung des Zuckergehaltes solcher Rübenrückstände den Gegenstand einer unausgesetzten Tätigkeit des mit der Betriebskontrolle betrauten Beamten, um sicherzustellen, daß jener Verlust eine gewisse niedrige Grenze nicht überschreite.

Man untersucht die Schnitzel entweder wie sie aus den Diffuseuren kommen, vor den Schnitzelpressen, oder wie sie die Schnitzelpresse abgibt und stellt durch gleichmäßige Entnahme an den Transportvorrichtungen Sammelmuster her, welche in geschlossenen Gefäßen vor Wasserverdunstung geschützt, gemischt werden und in regelmäßigen Zeitabständen zur Untersuchung gelangen.

Die notwendige weitere Zerkleinerung derselben nimmt man entweder mittels der S. 236 erwähnten Fleischhackmaschine vor, oder man benutzt die bei der Rübenanalyse aufgeführte Maschine zur Herstellung von Brei aus Schnitzeln.

In dem auf die eine oder andere Weise erhaltenen Brei wird der Wassergehalt und der Zuckergehalt bestimmt.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

Man verfährt genau nach S. 256. Der Wassergehalt beträgt bis 90 Proz.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Man verwendet die warme wässerige Digestion, entweder im Maßkolben, das doppelte Normalgewicht = 52,0 g Schnitzelbrei, mit 1 bis 2 ccm Bleiessigzusatz in Kolben von 201,2 ccm Inhalt, nach 2, S. 246, oder im geschlossenen Blechgefäß, 60,0 g Schnitzelbrei[1]) mit 177 ccm bleiessighaltigem Wasser nach b), S. 251. Die Polarisation des Filtrats

[1]) Bei Annahme eines Durchschnittgehalts von 89,7 Proz. Wasser in abgepreßten Diffusionsschnitzeln (Stammers Taschenkalender für Zuckerfabrikanten 1910/1911, S. 132) enthalten 60,0 g solcher Schnitzel 53,8 g Wasser. 53,8 + 177 = 230,8. Das Verhältnis von 60,0 : 230,8 ist aber dasselbe wie von 52,0 : 200.

im 200-mm-Rohr gibt in beiden Fällen ohne weitere Umrechnung den Prozentgehalt an Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln. Derselbe beträgt etwa 0,3 bis 0,4 Proz.

Die Sicherheit der Polarisation derartig zuckerarmer Säfte wird wesentlich erhöht durch Benutzung der Beobachtungsröhren von 400 mm Länge, welche bei dieser Gelegenheit sehr am Platze sind. Die abgelesenen Grade ergeben natürlich das Doppelte der vorhandenen Zuckerprozente.

Trockenschnitzel. Die harten und spröden Schnitzel werden auf einer kleinen eisernen Mühle zu einem feinen Pulver gemahlen, in welchem ebenfalls Wasser- und Zuckergehalt bestimmt wird.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

In einem Filtertrockenglase, S. 254, Fig. 104, werden im Trockenschranke 10,0 g bei 105° C bis zur Gewichtsbeständigkeit getrocknet.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Man wendet die warme, wässerige Digestion S. 252 an und nimmt die halbe Normalgewichtsmenge = 13,0 g in Arbeit. Die getrockneten Schnitzel quellen mit Wasser sehr stark auf und die Marksubstanz nimmt infolgedessen einen verhältnismäßig sehr großen Raum ein, so daß bei Anwendung jener Gewichtsmenge darauf Rücksicht zu nehmen ist. Nach einer Arbeit von Slobinski ist das Volumen des Marks von 13,0 g Trockenschnitzel im aufgequollenen Zustande zu etwa 6 ccm [1]) anzunehmen. Um diesem Verhältnis gerecht zu werden und weitläufige Umrechnungen zu vermeiden könnte man bei 13,0 g Schnitzelpulver einen Maßkolben benutzen, der eine Marke für 206 ccm trüge, um so den Einfluß des Markvolumens auf die Flüssigkeitsmenge auszuschalten. Es ist indessen die Einführung eines besonderen Maßgefäßes für einen einzigen und dabei nicht häufigen Gebrauchszweck wenig empfehlenswert. Dasselbe Verhältnis wie 13,0 : 206 ist aber 12,62 : 200. Der Unterschied von 0,38 g Substanz ist nicht so groß, als daß der Betrag des Markvolumens sich dadurch wesentlich ändert.

Man bringt daher am zweckmäßigsten 12,62 g Schnitzelpulver in einen 200-ccm-Kolben, fügt Wasser und etwas Bleiessig hinzu und erhitzt nach der Vorschrift auf S. 252. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser zur Marke eingestellt, gemischt, filtriert und polarisiert. Die abgelesenen Grade ergeben bei Benutzung eines 200-mm-Rohres mit 4, bei Benutzung eines 400-mm-Rohres mit 2 multipliziert den Prozentgehalt an Zucker.

Genauer arbeitet man nach dem Verfahren der Alkoholextraktion-Digestion von Herzfeld, S. 243. Man wägt 13,0 g des feingemahlenen

---

[1]) Slobinski, Zeitschrift 1907, S. 893. Bei 2 ccm Unterschied im Volum des Marks nach oben oder nach unten würde nach ihm erst ein Fehler von ± 0,05 Proz. Zucker (bei 5 Proz. durchschnittlichem Zuckergehalt) sich berechnen.

Schnitzelpulvers ab und erhitzt dasselbe zunächst nach Zusatz von 3 bis 5 ccm Bleiessig mit so viel 60 proz. Alkohol, daß die Schnitzel vollständig damit bedeckt sind, in einer weiten Probierröhre mit aufgesetztem Kühlrohr etwa eine halbe Stunde lang, spült dann die ganze Masse verlustlos in den Extraktionsapparat und verfährt wie S. 243 beschrieben. Verwendet man bei der Extraktion einen 200-ccm-Kolben, so ist die Berechnung des Prozentgehalts genau wie vorstehend.

Zuckerschnitzel. Zur Bestimmung des Zuckers in den Zuckerschnitzeln, welcher bis zu 40 Proz. steigt, ist nur das vorstehend erwähnte Alkoholverfahren und mit demselben Mengenverhältnis anzuwenden. Bei solchen Trockenschnitzeln und Zuckerschnitzeln, welche unter Anwendung heißer Feuergase getrocknet sind, ist indessen die Polarisationsmethode nicht mehr zuverlässig, da nicht selten ein Teil des Zuckers durch Überhitzung karamelisiert worden ist[1]).

Aus demselben Grunde gibt bei solchen Schnitzeln auch die mehrfach empfohlene gewichtsanalytische Bestimmung des Gesamtzuckers nach der Inversion des wässerigen Schnitzelauszuges keine vertrauenswürdigen Zahlen, da Karamel auf Fehlingsche Lösung sehr stark reduzierend wirkt. Es kommt hinzu, daß es nicht ohne weiteres möglich ist, die Inversion des Zuckers in dem Auszuge durchzuführen, ohne andere gelöste Stoffe derart in Mitwirkung zu ziehen, daß auch diese sich demnächst an der Zersetzung der Fehlingschen Kupferlösung beteiligen.

8. Knochenkohle.

Die Knochenkohle, welche zur Reinigung der Säfte in den Weißzuckerfabriken und Raffinerien gebraucht wird, kann durch das in den Fabriken übliche Aussüßen nicht völlig zuckerfrei erhalten werden. Ein, wenn auch geringer Anteil Zucker wird von der Kohle hartnäckig zurückgehalten, und der Versuch, durch fortgesetztes Absüßen denselben noch zu gewinnen, würde in keiner Weise mit dem zu erzielenden Nutzen im Einklange stehen.

Zur Kontrolle indessen und zur Begründung der mehrfach erwähnten Zuckerverluste ist die quantitative Bestimmung des auf diese Weise der Knochenkohle verbleibenden Zuckers zeitweilig erforderlich.

Man entnimmt zu diesem Zwecke dem zu untersuchenden Filter bei seiner Entleerung eine genügende Durchschnittsprobe, bestimmt in einem Teile derselben den Wassergehalt (s. Abschnitt II, „Knochenkohle“) und wägt in eine Porzellanschale von geeigneter Größe 100,0 g derselben zur Untersuchung ab. Durch vier- bis fünfmaliges, etwa je 10 Minuten andauerndes Auskochen mit je 150 bis 200 ccm Wasser gelingt es, den vorhandenen Zucker völlig in Lösung zu bringen; man filtriert nach jeder Auskochung ab und verdampft die sämtlichen Aus-

[1]) Zeitschrift 1909, S. 639. Deutsche Zuckerindustrie 1909, S. 244.

züge unter Zusatz von einigen Tropfen Natriumkarbonatlösung in einer Schale, anfänglich auf freier Flamme mit untergelegtem Drahtnetz, zuletzt auf dem Wasserbade bis zu einem Volumen von 70 bis 80 ccm.

Dieser Rest wird in ein 100-ccm-Kölbchen gebracht, man spült die Schale sorgfältig nach, neutralisiert unter Benutzung einiger Tropfen von Phenolphtaleïn mit tunlichst wenig Essigsäure, setzt Bleiessig hinzu, füllt zur Marke auf und bestimmt den Zuckergehalt mittels Polarisation.

Der mit 0,26 multiplizierte Drehungsbetrag gibt auf diese Weise (bei Anwendung der 200-mm-Röhre und deutscher Apparate) den Prozentgehalt der feuchten Kohle an Zucker, welcher vermittelst des vorher ermittelten Wassergehaltes auf trockene Kohle umzurechnen ist.

Man hätte z. B. bei einem Feuchtigkeitsgehalt der nassen Kohle von 23,2 Proz. (= 76,8 Proz. Trockensubstanz) und einem Zuckerbefund von 0,57 Proz. zu dieser Umrechnung anzusetzen:

$$76{,}8 : 0{,}57 = 100 : x,$$

und findet somit

$$x = 0{,}74 \text{ Proz. Zucker}$$

in trockener Kohle.

Im laufenden Fabrikbetriebe findet man den Gehalt derselben an Zucker etwa zwischen 0,6 bis 1,0 Proz.

9. Anhang.

Die Analyse der Asche von Zuckern, Füllmassen, Säften und Abläufen.

Wenn es im allgemeinen bei den im vorstehenden abgehandelten Untersuchungen zuckerhaltiger Stoffe meistens genügt, die Menge der Gesamtasche auszumitteln, so treten doch bisweilen Fragen heran, welche eine ausführliche quantitative Bestimmung aller Aschenbestandteile wünschenswert oder notwendig machen.

Die Aufgabe und Methode einer solchen Aschenanalyse fällt fast vollständig mit derjenigen zusammen, wie sie im Abschnitt III „Wasser“ für die Untersuchung der Abdampfrückstände in ausführlicher Weise beschrieben worden ist. Indem wir uns daher beschränken, an dieser Stelle nur den Gang der Untersuchung kurz anzugeben, verweisen wir, was die Ausführung der Einzelbestimmungen anbetrifft, auf die diesbezüglichen im Abschnitt „Wasser“ enthaltenen Vorschriften.

Zur Herstellung der für eine vollständige Analyse erforderlichen Menge Asche verfährt man, wie S. 141 und 198 angegeben, nachdem, wenn Flüssigkeiten zur Untersuchung vorliegen, diese durch Abdampfen möglichst eingedickt sind. Man verkohlt also, zunächst bei mäßiger Glühhitze in einer geräumigen Platinschale, bis keine Gase mehr entweichen, laugt die in einer Porzellanreibschale zerdrückte und zerriebene und sodann in die Platinschale zurückgespülte Kohle wiederholt mit heißem Wasser aus, filtriert, verbrennt den Rückstand völlig zu Asche,

welche mit einer Lösung von kohlensaurem Ammon zu behandeln ist, und vereinigt sie schließlich in derselben Schale mit dem die löslichen Anteile enthaltenden Filtrate. Nach dem Verdampfen desselben usw. und gelindem Glühen bestimmt man das Gewicht der Gesamtasche.

Man verwendet, wenn irgend möglich, mindestens 1,5 bis 2 g Asche und bemißt danach die Menge der Substanz, welche zur Veraschung notwendig wird. Ist man über den Aschegehalt derselben im Zweifel, so bestimmt man ihn zuvor annähernd unter Zuhilfenahme von konzentrierter Schwefelsäure in einem kleinen Anteil. Da der Zucker bei seiner Verbrennung leicht über den Rand der Platinschale hinaus sich aufbläht, so ist es in den meisten Fällen ratsam, die erforderliche Menge nicht mit einem Male, sondern in einzelnen Anteilen zu verkohlen und sodann die Rückstände zu vereinigen.

Man nimmt von festen Zuckern, je nach ihrem Aschengehalt, 50 bis 100 g, von Füllmassen, Melassen und Sirupen 25 bis 50 g und dampft von dünnen Säften so viel ein, bis eine entsprechende Menge von sirupartiger Beschaffenheit vorhanden. In der gewogenen Asche bestimmt man zunächst die

Kohlensäure, und zwar im Geißlerschen Apparat durch Zersetzung der Karbonate mittels Salzsäure. Der Abdampfrückstand der salzsauren Lösung ergibt, filtriert,

die Kieselsäure (unter Umständen Sand- und Tonteilchen sowie Reste unverbrannter Kohle). Das davon entfallende Filtrat wird in einen Viertelliterkolben gebracht, bis zur Marke mit Wasser verdünnt und gemischt. Von dieser Lösung dienen 100 ccm zur Bestimmung von:

Eisenoxyd und Tonerde, deren Trennung nicht erforderlich ist, sowie von:

Kalk und

Magnesia.

In weiteren 100 ccm bestimmt man:

die Schwefelsäure

und in dem Rest des oben erhaltenen Filtrats, = 50 ccm, die

Phosphorsäure,

und zwar letztere nach den Vorschriften des Abschnitts „Künstliche Düngemittel“ vermittelst einer Lösung von molybdänsaurem Ammon.

Zur Ermittelung des Gehaltes der Asche an Chlor, Kali und Natron verwendet man eine neue Menge der zu untersuchenden Substanz, 10 bis 20 g; verkohlt, wie oben angegeben, zerreibt die vorher angefeuchtete Kohle, spült mit heißem Wasser in einen 250-ccm-Kolben und kocht eine kurze Zeit lang. Nach dem Erkalten füllt man, ohne weitere Berücksichtigung der vorhandenen Kohlenteilchen, bis zur Marke mit Wasser, mischt, filtriert durch

ein unbenäßtes Filter und mißt mittels einer Pipette 50 ccm des klaren Filtrates zur Bestimmung von

Chlor

ab. Man muß dazu die stark alkalische Flüssigkeit zuvor neutralisieren, versetzt die abgemessene und mit einem Uhrglase bedeckt zu haltende Menge vorsichtig mit Salpetersäure, bis kein Aufbrausen (von entweichender Kohlensäure) mehr entsteht, und stumpft den Säureüberschuß mit Ammoniak so weit ab, bis die Flüssigkeit alkalisch ist und deutlich danach riecht. Ein kleines hineingeworfenes Stückchen Lackmuspapier kann diese Beobachtung unterstützen. Dann erhitzt man die Flüssigkeit so lange zum schwachen Sieden zur Austreibung des überschüssig zugefügten Ammoniaks, bis der Geruch nach Ammoniak vollständig verschwunden ist und ein hineingeworfenes Stückchen rotes Lackmuspapier sich nicht blau färbt. Die erkaltete Flüssigkeit titriert man mit zehntelnormaler Silberlösung. (Das Chlor ist fast ausnahmslos nur an Kalium gebunden; Chlornatrium findet sich in diesen Aschen fast nie.)

Weitere 100 ccm des obigen Filtrates übersättigt man vorsichtig mit Salzsäure und bestimmt darin, in Form von Chloriden, die Gesamtmenge der vorhandenen

Alkalien (Chlorkalium und Chlornatrium); in diesen durch Ausfällung mit Platinchlorid

das Kali

als Kaliumplatinchlorid, und durch eine Differenzrechnung schließlich

das Natron.

Berechnung und Zusammenstellung der Analyse. Die bei den verschiedenen Arbeiten erzielten Ergebnisse werden in folgender Weise berechnet und zusammengestellt:

Zunächst rechnet man das Kaliumplatinchlorid, welches dem Gesamtgehalt der Asche an Kali entspricht, auf Chlorkalium um und findet aus der Differenz zwischen dieser Zahl und derjenigen für das Gesamtgewicht der Chloralkalien das etwa darin vorhandene Chlornatrium, welches aus ursprünglich vorhandenem, kohlensaurem Natrium entstanden sein kann. Vom übrigbleibenden Chlorkalium bringt man diejenige Menge in Abzug, welche sich ergibt, wenn man den für Chlor gefundenen Betrag auf Chlorkalium umrechnet. Den verbleibenden Rest rechnet man auf Kali (Kaliumoxyd) zurück, zieht davon ab, was die vorhandene Schwefelsäure und Phosphorsäure zur Bildung von Kalisalzen bedürfen, und stellt den Rest als kohlensaures Kalium in Rechnung.

Calciumoxyd, Magnesiumoxyd und Chlornatrium werden ebenfalls auf die entsprechenden Kohlensäureverbindungen umgerechnet, Kieselsäure, Eisenoxyd und Tonerde endlich als solche angegeben.

Alle Umrechnungen werden mittels sogenannter Rechnungsfaktoren [1]) ausgeführt, eine diesbezügliche Tabelle findet sich in Abteilung III des Anhangs und ist bei der Berechnung einzusehen.

Beispiel. 24,36 g Melasse, verascht, gaben 3,176 g kohlefreie Asche.

Aus den analytischen Zahlen stellen sich, auf 100 Tle. Asche berechnet, folgende Beträge heraus:

28,130 Tle. Kohlensäure (Anhydrid),
0,985 „ Kieselsäure „
0,140 „ Eisenoxyd und Tonerde,
1,292 „ Calciumoxyd (Kalk),
0,131 „ Magnesiumoxyd (Magnesia),
4,450 „ Schwefelsäure (Anhydrid),
101,559 „ Chloralkalien,
288,371 „ Kaliumplatinchlorid,
0,301 „ Phosphorsäure (Anhydrid),
2,161 „ Chlor.

Die Umrechnung geschieht in der oben angegebenen Reihenfolge.

288,371 Tle. Kaliumplatinchlorid × 0,3069 = 88,501 Tle. Chlorkalium,

101,559 Tle. Chloralkalien (Chlorkalium + Chlornatrium),
— 88,501 „ Chlorkalium,
= 13,058 Tle. Chlornatrium.

2,161 Tle. Chlor mit dem Faktor 2,1026 multipliziert, gibt die entsprechende Menge Chlorkalium.

2,161 × 2,1026 = **4,544** Proz. Chlorkalium.

Nach Abzug dieser Menge:

88,501
— 4,544
bleiben 83,957 Tle. Chlorkalium,

[1]) Die Aufstellung von Rechnungsfaktoren geschieht in folgender Weise. Es sei z. B. der Faktor zur Umrechnung von Kaliumplatinchlorid auf Chlorkalium zu berechnen. Die Zusammensetzung des Kaliumplatinchlorids ist = $2\,KCl, PtCl_4$, sein Molekulargewicht demnach = 485,96. Das Chlorkalium, KCl, hat das Molekulargewicht 74,56, welcher Betrag aber in diesem Falle zu verdoppeln ist (74,56 × 2 = 149,12), weil, der Formel des Kaliumplatinchlorids gemäß, auf 1 Molekül desselben 2 Moleküle Chlorkalium berechnet werden müssen. Der Ansatz ist daher:

$$485{,}96 : 149{,}12 = 1{,}0 : x,$$

mithin der gesuchte Faktor:

$$x = \frac{149{,}12}{485{,}96} = 0{,}3069.$$

Multipliziert man also den Betrag der gefundenen Menge Kaliumplatinchlorid mit 0,3069, so erhält man die ihr entsprechende Menge Chlorkalium.

welcher Betrag mittels des Faktors 0,6317 auf Kaliumoxyd umgerechnet wird:

83,957 × 0,6317 = 53,036 Tle. Kaliumoxyd (Kali).

Durch Multiplikation der gefundenen Beträge für Schwefelsäure und Phosphorsäure mit den Faktoren 2,1765, bezüglich 2,9901 erhält man die Gewichtsmengen der entsprechenden Kalisalze:

4,450 × 2,1765 = **9,685** Proz. schwefelsaures Kalium,
0,301 × 2,9901 = **0,900** „ phosphorsaures Kalium.

Da der Unterschied zwischen dem Gewicht eines Salzes und dem des darin enthaltenen Säureanhydrids gleich dem Gewicht des in dem Salze vorhandenen Oxydes ist, so ergibt sich aus den eben berechneten Zahlen:

9,685		0,900
— 4,450 Schwefelsäureanhydrid	und	— 0,301 Phosphorsäureanhydrid
5,235	+	0,599 = 5,834 Tle. Kali,

welche Summe, von 53,036 in Abzug gebracht, als Rest denjenigen Betrag an Kali läßt, welcher als Kohlensäuresalz in Rechnung zu stellen und zu diesem Zwecke mit dem Faktor 1,4671 zu multiplizieren ist:

53,036
— 5,834
47,202 × 1,4671 = **69,250** Proz. kohlensaures Kalium.

Ebenso erhält man durch Multiplikation der Zahlen für Calciumoxyd mit 1,7845, für Magnesiumoxyd mit 2,0913, für Chlornatrium mit 0,9066 die entsprechenden Beträge für die Kohlensäuresalze dieser Körper:

1,292 × 1,7845 = **2,306** Proz. kohlensaures Calcium,
0,131 × 2,0913 = **0,274** „ kohlensaures Magnesium,
13,000 × 0,9066 = **11,786** „ kohlensaures Natrium.

Ist die Analyse sorgfältig und richtig ausgeführt, so muß die Summe der zu den verschiedenen Karbonaten berechneten Kohlensäuremengen mit dem direkt ermittelten Betrage derselben übereinstimmen, wodurch somit eine Kontrolle ermöglicht ist.

Es enthalten nun im vorliegenden Falle:

69,250 Tle.	kohlensaures Kalium	=	22,048 Tle. Kohlensäure[1]),
2,306 „	kohlensaures Calcium	=	1,014 „ „
0,274 „	kohlensaures Magnesium	=	0,143 „ „
11,786 „	kohlensaures Natrium	=	4,892 „ „
			28,097 Tle. Kohlensäure,

[1])
69,250 — 47,202 = 22,048
2,306 — 1,292 = 1,014
0,274 — 0,131 = 0,143
11,786 — 0,4151 = 4,892.

welche Summe mit derjenigen, welche die direkte Bestimmung ergab (28,130 Tle.), befriedigend übereinstimmt.

Die Melassenasche würde demnach in 100 Tln. enthalten:

69,250	Proz.	kohlensaures Kalium,
9,685	„	schwefelsaures Kalium,
0,900	„	phosphorsaures Kalium,
4,544	„	Chlorkalium,
11,786	„	kohlensaures Natrium,
2,306	„	kohlensaures Calcium,
0,274	„	kohlensaures Magnesium,
0,985	„	Kieselsäure,
0,140	„	Eisenoxyd und Tonerde,
0,130	„	Unbestimmt und Verlust.
100,000	Proz.	

II.

Knochenkohle.

Allgemeines.

Die im Zuckerfabrikbetriebe zur Anwendung gelangende Knochenkohle (Spodium) wird durch einen bei Luftabschluß stattfindenden Verkohlungsprozeß aus Knochen fabrikmäßig gewonnen.

Die Knochen bestehen aus etwa 30 Proz. organischen Stoffen (Knorpel, leimgebende Substanz usw.) und 70 Proz. mineralischen Stoffen (Knochenasche, Knochenerde). Bei Luftabschluß erhitzt, werden die organischen Stoffe zerstört, es entweichen in Menge gasförmige Zersetzungsprodukte, wie kohlensaures Ammon, Wasserdampf, teerartige Stoffe usw., und eine dem zelligen Bau der Knochen entsprechende, höchst poröse Kohle, die Knochenkohle, bleibt zurück. Vor dem Verkohlen zerkleinert, kommt sie in verschiedenartigen Körnungen in den Handel.

Die qualitative Zusammensetzung der verschiedenen Knochenkohlen ist im wesentlichen stets dieselbe, in quantitativer Beziehung schwankt sie je nach dem zur Darstellung benutzten Rohmaterial ungefähr zwischen folgenden Grenzzahlen:

Kohlenstoff	7,5	bis	etwa	11,5	Proz.
Kohlensaures Calcium	6,0	„	„	8,0	„
Schwefelsaures Calcium (Gips)	0,15	„	„	0,25	„
Phosphorsaures Calcium	75,0	„	„	80,0	„
Phosphorsaures Magnesium	0,8	„	„	1,4	„
Chloralkalien	0,2	„	„	0,5	„
Silikate	0,5	„	„	0,8	„
Eisenoxyde	0,2	„	„	0,3	„
Schwefel- und Stickstoffverbindungen	0,5	„	„	1,4	„

Dazu kommen wechselnde Mengen von hygroskopischer Feuchtigkeit und sandigen und tonigen Verunreinigungen, welche einem schmutzigen Rohmaterial entstammen oder im Laufe der Fabrikation

hinzugekommen sind. Der für die Zuckerfabrikation wertbestimmende Bestandteil ist allein der Kohlenstoff.

Ihre Anwendung verdankt die Knochenkohle ausschließlich der absorbierenden Wirkung, welche der fein zerteilte und infolge der Porosität der Kohle große Flächen darbietende Kohlenstoff auf mineralische und organische Substanzen der verschiedensten Art (Salze, Riech- und Farbstoffe) ausübt. Der Knochenkohle diese Absorptionsfähigkeit zu erhalten und dieselbe, wenn sie durch den Fabrikbetrieb geschmälert oder verloren gegangen, wieder herzustellen, ist eine der wichtigsten und sich stets wiederholenden Arbeiten in der Fabrik.

Die Zusammensetzung der Knochenkohle wird durch ihre Benutzung vielfach und fortwährend verändert; durch Aufnahme verschiedenartiger Stoffe büßt sie allmählich einen bedeutenden Teil ihrer Wirksamkeit ein, anderweitige üble Einflüsse auf den Gang der Fabrikation dadurch hervorrufend. Es ist daher für den Fabrikanten notwendig, sich durch regelmäßige Untersuchungen mit der Zusammensetzung seiner Knochenkohle stets bekannt zu halten.

Das Absorptionsvermögen der Knochenkohle für Farbstoffe, das Entfärbungsvermögen, ist ein sehr bedeutendes, sie wird in dieser Beziehung von keinem anderen, ähnlichen Körper übertroffen. Durch vergleichende Untersuchungen mit Instrumenten, wie sie von Payen, Ventzke, Dubosq und Stammer konstruiert sind, ist man imstande, die entfärbende Kraft der Knochenkohle zu messen und in Zahlen auszudrücken.

Neben der Wirkung auf die organischen Stoffe kommt auch die starke Absorption für die Kalkverbindungen des Saftes in Betracht, da dieselben gemeinschaftlich mit jenen durch Verstopfen und Zusetzen der Poren die allmähliche Abnahme der Wirksamkeit verursachen. Sie müssen deshalb häufig und regelmäßig entfernt, die Kohle muß „wiederbelebt“ werden.

Die Absorptionsfähigkeit für Zucker bedingt einen ständigen Zuckerverlust der zu filtrierenden Lösungen, die für Feuchtigkeit macht ausgeglühte oder getrocknete Kohle zu einem sehr hygroskopischen Körper.

Die Güte einer Kohle hängt, abgesehen von Körnung und chemischer Zusammensetzung, von ihrer Porosität ab. Eine frische Bruchfläche derselben muß, an die Zunge gehalten, schwach saugend wirken und ein mattes, tiefschwarzes Ansehen haben. Eine glänzend oder glasartig aussehende Kohle, ebenso eine solche von rötlicher oder bräunlicher Farbe ist zu verwerfen; das letztere ist ein Beweis, daß die Verkohlung der Knochen keine vollständige war. Eine bläuliche oder blaugraue Farbe zeigt einen Mangel an Kohlenstoff an, veranlaßt entweder durch ein Verbrennen der Kohle bei Luftzutritt, oder durch Verwendung alter, teilweise verwitterter Knochen bei der Fabrikation.

Die chemischen Untersuchungen der Knochenkohle im Fabrikbetriebe erstrecken sich auf den Gehalt an kohlensaurem und schwefelsaurem Calcium, an Kohlenstoff, Schwefelcalcium, organischen Stoffen, sowie auf Entfärbungsvermögen und absorbierten Zucker; beim Ankauf neuer Kohle treten die Bestimmungen der Feuchtigkeit und der Verunreinigungen (Sand und Ton) hinzu, beim Verkauf von Knochenkohlenabfall endlich ist die Menge der Phosphorsäure maßgebend. Bestimmungen von Magnesia, Eisen, Chloralkalien usw. sind für den Fabrikbetrieb ohne Bedeutung.

Bei einer Probenahme ist immer zu beachten, daß in dem gezogenen Muster sich die Beschaffenheit der ganzen Partie möglichst treu wiedergegeben finde; man nimmt also Kohle von den verschiedensten Stellen eines Haufens, Bottichs oder Filters, mischt die so gewonnene große Probe sorgfältigst durcheinander und zieht erst daraus ein kleineres, für die Untersuchung bestimmtes Durchschnittsmuster.

Ist die Kohle sehr feucht oder gar naß, so wird, unter gleichzeitigem Ansetzen einer Wasserbestimmung, ein größerer Anteil im Trockenschranke bei etwa 100° C getrocknet und die trockene Substanz sodann im Mörser, oder besser mittels einer kleinen, eisernen Mühle in ein feines Pulver verwandelt. Von diesem lufttrockenen Pulver wägt man die zu den Einzelbestimmungen erforderlichen Mengen ab; ein vorheriges völliges Austrocknen der gesamten Probe und ein Abwägen wasserfreier Substanz ist nicht zu empfehlen. Die erhaltenen Zahlen rechnet man bei Zusammenstellung der Analyse auf Trockensubstanz um und fügt den ursprünglichen Wassergehalt gesondert den übrigen Angaben hinzu.

Ausführung der Untersuchungen.

A. Bestimmung des Wassergehaltes (Feuchte).

Die Eigenschaft der Knochenkohle, mit großer Begierde Feuchtigkeit aus der Luft anzuziehen und dieselbe erst bei anhaltender und starker Erwärmung völlig wieder abzugeben, bedingt einerseits eine gewisse Schnelligkeit beim Wägen und einen guten Verschluß der getrockneten Substanz, andererseits eine angemessen hohe Temperatur des Trockenschrankes.

Liegen Proben von grober Körnung vor, so zerstößt man einen Teil im Mörser zu einem mäßig feinen Pulver und wägt in ein Glas mit luftdicht schließendem Deckel, wie solche bei Wägungen von Filtern be- g. 104, S. 254), 10 bis

Fig. 106.

ıf bis sechs Stunden °C austrocknen, läßt kalten, wägt, trocknet ılbe Stunde und wägt beide Wägungen ganz ı auf 0,005 g Unter- ıo ist der gesamte Ge- ich dem Wassergehalt ıen Menge zu setzen le zu berechnen.

ɾauchte Knochenkohle enthält etwa 7 Proz. Feuchte.

Trockenschränke mit Doppelwandungen, wie auf S. 137 für das Trocknen von zuckerhaltigen Stoffen vorgeschrieben, sind hier und bei ähnlichen Gelegenheiten nicht erforderlich. Sie werden zweckmäßig durch einfachere Apparate ersetzt, in welchen auch schon bei Anwendung einer mäßigen Heizflamme eine hohe und innerhalb der gewünschten Grenzen doch wenig schwankende Temperatur gehalten werden kann.

Einen aus Kupfer nach unseren Angaben gefertigten, für solche Zwecke sehr brauchbaren Trockenapparat, welcher sich auch zum Trocknen von Substanzen in größeren Gefäßen, in Schalen, Trichtern oder Bechergläsern vorzüglich eignet, stellt Fig. 106 dar. Die Außenluft tritt durch den links sichtbaren Schlitz zunächst zwischen einen Doppelboden und, somit vorgewärmt, durch entsprechende Öffnungen an der entgegengesetzten Seite des oberen Bodens in den inneren Trockenraum. Einer der offenen Rohransätze des Deckels dient zum Abzug der ausgetriebenen Feuchtigkeit, der zweite ist für das Thermometer, der dritte zur Anbringung eines Wärmeregulators (s. Fig. 63, S. 138), wenn nötig, bestimmt. Im Innern trägt ein mit drei Füßen versehener Teller (in der Figur neben dem Apparat dargestellt) die betreffenden Gefäße mit den zu trocknenden Stoffen entweder direkt in den runden Ausschnitten oder auf einer Unterlage von Asbestpappe. Der lose anliegende, übergreifende Deckel besitzt drei angenietete Stützen — von denen nur zwei sichtbar —, welche dazu dienen, beim Absetzen des Deckels das unter demselben hervorragende Thermometer zu schützen. Der Apparat erhält zweckmäßig eine Höhe von 20 cm und einen gleich großen Durchmesser; den eisernen Füßen gibt man 16 bis 20 cm Höhe.

B. Bestimmung von Kohlenstoff, Sand und Ton.

10,0 g der fein zerriebenen, lufttrockenen Kohle übergießt man in einer tiefen Porzellanschale mit etwas Wasser, setzt, während man,

Fig. 108.

Fig. 107.



um Verspritzen zu vermeiden, die Schale mit einem großen Uhrglase bedeckt, 50 ccm reine Salzsäure hinzu und hält den Inhalt der so bedeckten Schale 15 Minuten lang in gelindem Kochen. Bei dieser Behandlung werden sämtliche Salze durch die Säure gelöst; den ungelöst

bleibenden Kohlenstoff und den etwa in der Kohle befindlich gewesenen Sand und Ton sammelt man ohne Verlust auf einem vorher getrockneten und gewogenen Filter (S. 255) und wäscht so lange mit heißem Wasser aus, bis die abtropfende Flüssigkeit blaues Lackmuspapier nicht mehr rötet. Das in Filter und Filterinhalt noch vorhandene Wasser verdrängt man durch zweimaliges Aufgießen von Alkohol, diesen zuletzt durch wenig Äther und läßt die Reste des letzteren an der Luft abdunsten.

Hierauf wird das Filter nebst Inhalt bei 110° C im Trockenschranke bis zur Gewichtsbeständigkeit[1]) getrocknet, was nach der Behandlung mit Alkohol und Äther sehr schnell vor sich geht, im Filtertrockenglase gewogen und in einem vorher ausgeglühten und nach dem Erkalten im Exsikkator (Fig. 107) gewogenen Platintiegel so lange erhitzt, bis sämtlicher Kohlenstoff verbrannt ist, so daß bei vorsichtigem Rühren mit einem Platindraht keine schwarzen Anteile in dem Aschenreste mehr sichtbar werden. Man gibt dem Platintiegel die aus der Fig. 108 ersichtliche schräge Lage, um dadurch den Eintritt der Luft zu der erhitzten Substanz zu erleichtern und somit die Verbrennung zu beschleunigen. Das Gewicht des aus Sand, Ton und Filterasche bestehenden, grauen oder rötlichen Verbrennungsrückstandes wird von dem Gesamtgewichte des abfiltrierten und getrockneten, in Salzsäure unlöslichen Rückstandes in Abzug gebracht; der verbleibende Restbetrag, mit 10 multipliziert, ergibt den Prozentgehalt an Kohlenstoff.

Das Gewicht des im Tiegel verbliebenen Verbrennungsrückstandes gibt, nach Abzug der Filterasche, mit 10 multipliziert, den Prozentgehalt der Kohle an Sand und Ton.

Beispiel. 10,0 g Knochenkohle geben nach dem Trocknen:

Glas + Filter + Inhalt	31,214 g,
Glas + Filter	30,153 g,
in Salzsäure unlöslichen Rückstand	1,061 g.

Nach dem Verbrennen desselben verblieben im Platintiegel, abzüglich 0,003 g Filterasche:

0,085 g Sand und Ton,

welche vom Gesamtrückstande in Abzug kommen;

1,061 g Rückstand,
— 0,085 g Sand und Ton,
= 0,976 g Kohlenstoff;

oder nach Multiplikation der beiden betreffenden Zahlen mit 10:

9,76 Proz. Kohlenstoff,
0,85 „ Sand und Ton.

---

[1]) Man nimmt „Gewichtsbeständigkeit" an, wenn zwei aufeinander folgende Wägungen, zwischen denen ein halbstündiges Weitertrocknen lag, nicht mehr als 0,005 g Unterschied aufweisen.

Handelt es sich ausschließlich um Bestimmung der letztgenannten Verunreinigungen, so unterbleibt bei übrigens ganz gleichem Verfahren das Wägen des Filters und des getrockneten Rückstandes. Es wird derselbe nach dem Trocknen ohne weiteres im gewogenen Platintiegel verascht.

C. Bestimmung von kohlensaurem Calcium.

Beim Filtrieren der durch die Saturation von dem größten Teile des aufgenommenen Kalkes befreiten Zuckersäfte entzieht die Knochenkohle der Filter vermöge ihrer Absorptionsfähigkeit den mit ihr in Berührung kommenden Flüssigkeiten einen großen Teil der zurückgebliebenen Kalkverbindungen, welche sich in Form von kohlensaurem Calcium in und auf den Zellenwandungen der Kohle niederschlagen. Diese Kalkverbindungen müssen, um die Kohle wieder wirksam zu machen, so vollständig wie möglich entfernt werden. Es geschieht dies durch Behandlung derselben mit verdünnter Salzsäure, deren Menge derartig bemessen werden muß, daß sie das niedergeschlagene oder aufgenommene kohlensaure Calcium — gewöhnlich in der Fabrik kurz „Kalk“ genannt — zwar völlig löst, die zur natürlichen Zusammensetzung der Kohle gehörigen Kalkverbindungen jedoch noch nicht, oder doch nicht wesentlich, angreift.

Um die dazu erforderliche Menge Salzsäure berechnen zu können, wird die Menge des aufgenommenen „Kalks“ vorher bestimmt.

Von den zahlreichen Methoden, welche hierzu in Vorschlag und zur Anwendung gebracht sind, ist das Scheiblersche Verfahren dasjenige, welches fast ausschließlich in den Laboratorien der Zuckerfabriken angewendet wird. Es erfordert dasselbe den „Scheiblerschen Apparat zur Bestimmung des kohlensauren Calciums in der Knochenkohle“, welcher nach Fig. 109 aus folgenden Teilen besteht.

Flasche *A* ist das Kohlensäureentwickelungsgefäß, in welchem die fein gepulverte Knochenkohle mit der im Guttaperchazylinder *s* befindlichen Salzsäure zusammengebracht wird. Die sich entwickelnde Kohlensäure tritt durch das an dem Stopfen befindliche Glasrohr und den daran befestigten Kautschukschlauch *r* in eine dünne Gummiblase, welche, dicht mit dem Ende des Schlauches verbunden, sich in Flasche *B* befindet.

Diese Flasche *B* ist dreifach tubuliert; der eine Tubulus trägt die Verbindung *r* mit dem Entwickelungsgefäße, der zweite führt mittels des Rohres *uu* zu dem geteilten Rohre *C*, der dritte, durch ein kurzes, mit dem Quetschhahn *q* versehenes Gummirohr verschlossen, vermittelt die Verbindung mit der äußeren Luft.

Die in 25 „Grade“ eingeteilte Gasmeßröhre *C* bildet durch die untere Verbindung ein kommunizierendes Gefäß mit dem Gasdruckkontrollrohre *D*, welches zugleich am unteren Ende noch eine ver-

mittelst des Quetschhahnes p verschließbare Abflußröhre enthält, die bis auf den Boden des zweihalsigen Wasserbehälters E hinabreicht.

Fig. 109.

Durch Einblasen von Luft vermittelst des Gummiballes v
öffnetem
E ent-
C und D
ererseits
Öffnen
sen wer-
n Beob-
ur wäh-
befindet
ußerdem

er Koh-
nit dem
ate ge-
Weise:

Man wägt auf dem Tarierblech von der lufttrockenen, für diese Bestimmung besonders fein zerriebenen Kohle die für den Apparat

berechnete Normalgewichtsmenge = 1,7 g genau ab und bringt dieselbe in das vollkommen ausgetrocknete Gasentwickelungsgefäß *A*. Hierauf füllt man das Guttaperchagefäß *s* mit Salzsäure von 1,12 spezifischem Gewicht[1]) und stellt dasselbe vorsichtig mittels einer Pincette oder Tiegelzange aufrecht, schräg an die Glaswand gelehnt, in *A* hinein.

Nachdem durch den Druck auf den kleinen, hohlen Gummiball *v* und gleichzeitiges Öffnen des Quetschhahnes *p* der Wasserstand in *C* bis auf den Nullpunkt gehoben und sorgfältig eingestellt worden ist, wird *A* mit dem Glasstopfen, welcher des sicheren Verschlusses halber mit Fett bestrichen ist, fest verschlossen. Die hierdurch verursachte Pressung der eingeschlossenen Luft und die Verschiebung des Flüssigkeitsstandes in *C* und *D* wird durch ein einmaliges Öffnen des Quetschhahnes *q* aufgehoben.

Nachdem in dieser Weise der Apparat eingestellt ist, faßt man das Gefäß *A* mit dem Daumen und Mittelfinger der rechten Hand am Halse, während der Zeigefinger den Glasstopfen hält, und gibt der Flasche eine schräge Stellung (s. die Figur), so daß die in dem Kautschukgefäß befindliche Salzsäure ausfließen kann. Das aufgenommene sowie das ursprünglich der Kohle angehörige Calciumkarbonat wird hierdurch unter lebhafter Entwickelung von Kohlensäure sofort zersetzt, was man durch fortwährendes, vorsichtiges Schütteln der Flasche *A* unterstützt und beschleunigt. Gleichzeitig, während man mit der rechten Hand in vorstehender Weise verfährt, öffnet man mit der linken den Quetschhahn *p* und läßt allmählich so viel Wasser nach *E* ab, wie notwendig ist, um den Flüssigkeitsstand in den Röhren *C* und *D* auf etwa gleicher Höhe (in *D* stets etwas höher) zu halten.

Es ist aufs sorgfältigste zu beachten, daß von der Flüssigkeit in *A* nicht die geringste Menge in den Schlauch *r* und nach *B* gelangt.

Nachdem die Gasentwickelung vollendet, d. h. wenn durch längeres Schütteln des Gefäßes *A* ein Sinken der Flüssigkeit in *C* nicht mehr bewirkt wird, ist die Zersetzung als beendet zu betrachten. Dieselbe hat, wie jede derartige Reaktion, eine geringe Wärmeentwickelung zur Folge gehabt, durch welche der Inhalt des Gefäßes eine entsprechende Ausdehnung erhielt. Man läßt deshalb, behufs Ausgleichung der entstandenen Temperatur- und Druckunterschiede, fünf bis zehn Minuten verstreichen, stellt dann erst den Flüssigkeitsstand in *C* und *D* durch vorsichtiges Öffnen des Quetschhahnes *p* genau in gleiche Höhe *mn* und liest nunmehr den Stand des Wassers an der Skala der Röhre *C*, sowie die Temperatur ab. Mittels dieser beiden Zahlen kann man den gesuchten Prozentgehalt an kohlensaurem Calcium ohne weitere Rechnung aus der nachstehenden, von Scheibler berechneten Tabelle XI ablesen.

---

[1]) Es genügt zu diesem Zwecke 2 Raumteile konzentrierte Salzsäure mit 1 Raumteil Wasser zu verdünnen.

Tabelle XI. Über die prozentische Bestimmung des kohlensauren Calciums in der Knochenkohle aus dem Volum der Kohlensäure. Von Scheibler.

Abgelesenes Volum	Bei den Temperaturen (nach Cels.):																		
	12 Grad	13 Grad	14 Grad	15 Grad	16 Grad	17 Grad	18 Grad	19 Grad	20 Grad	21 Grad	22 Grad	23 Grad	24 Grad	25 Grad	26 Grad	27 Grad	28 Grad	29 Grad	30 Grad
1	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79	0,78	0,78	0,77	0,77	0,77	0,76	0,76	0,76	0,75	0,75	0,74	0,74	0,73	0,73
2	1,88	1,87	1,86	1,86	1,85	1,84	1,83	1,82	1,81	1,80	1,79	1,79	1,78	1,77	1,76	1,75	1,74	1,73	1,72
3	2,95	2,94	2,92	2,91	2,90	2,89	2,87	2,86	2,85	2,83	2,82	2,80	2,79	2,77	2,76	2,74	2,73	2,72	2,71
4	4,01	4,00	3,98	3,96	3,94	3,93	3,91	3,89	3,87	3,85	3,83	3,81	3,79	3,77	3,75	3,73	3,71	3,70	3,68
5	5,07	5,05	5,03	5,00	4,98	4,96	4,93	4,91	4,89	4,86	4,84	4,81	4,79	4,76	4,74	4,71	4,69	4,67	4,65
6	6,11	6,09	6,06	6,03	6,01	5,98	5,95	5,92	5,89	5,86	5,83	5,81	5,78	5,75	5,71	5,68	5,65	5,63	5,61
7	7,14	7,12	7,09	7,06	7,02	6,99	6,96	6,92	6,89	6,86	6,82	6,79	6,75	6,72	6,68	6,65	6,61	6,58	6,56
8	8,17	8,14	8,11	8,07	8,03	8,00	7,96	7,92	7,88	7,84	7,80	7,76	7,72	7,68	7,64	7,60	7,56	7,53	7,49
9	9,19	9,16	9,12	9,07	9,03	8,99	8,95	8,90	8,86	8,82	8,77	8,73	8,68	8,64	8,59	8,55	8,50	8,46	8,42
10	10,20	10,16	10,12	10,07	10,02	9,98	9,93	9,88	9,83	9,79	9,73	9,68	9,63	9,58	9,53	9,48	9,43	9,39	9,34
11	11,20	11,15	11,10	11,05	11,00	10,95	10,89	10,84	10,79	10,74	10,68	10,63	10,57	10,52	10,46	10,41	10,35	10,30	10,25
12	12,20	12,15	12,09	12,03	11,98	11,92	11,87	11,81	11,75	11,69	11,64	11,58	11,52	11,46	11,40	11,33	11,27	11,22	11,16
13	13,20	13,14	13,08	13,02	12,96	12,90	12,84	12,78	12,72	12,65	12,59	12,53	12,46	12,40	12,33	12,26	12,20	12,14	12,07
14	14,20	14,14	14,07	14,01	13,94	13,88	13,81	13,75	13,68	13,61	13,54	13,48	13,41	13,34	13,26	13,19	13,12	13,05	12,99
15	15,20	15,13	15,06	14,99	14,92	14,85	14,78	14,71	14,64	14,57	14,50	14,42	14,35	14,27	14,20	14,12	14,04	13,97	13,90
16	16,20	16,13	16,05	15,98	15,91	15,83	15,76	15,68	15,61	15,53	15,45	15,37	15,29	15,21	15,13	15,05	14,97	14,89	14,81
17	17,20	17,12	17,04	16,97	16,89	16,81	16,73	16,76	16,57	16,49	16,41	16,32	16,24	16,15	16,07	15,98	15,89	15,81	15,72
18	18,20	18,12	18,03	17,95	17,87	17,79	17,70	17,62	17,53	17,45	17,36	17,27	17,18	17,09	17,00	16,91	16,82	16,73	16,63
19	19,20	19,11	19,03	18,94	18,85	18,76	18,67	18,59	18,50	18,40	18,31	18,22	18,13	18,03	17,94	17,84	17,74	17,64	17,55
20	20,20	20,11	20,02	19,93	19,83	19,74	19,65	19,55	19,46	19,36	19,27	19,17	19,07	18,97	18,87	18,77	18,66	18,56	18,46
21	21,20	21,10	21,01	20,91	20,81	20,72	20,62	20,52	20,42	20,32	20,22	20,12	20,01	19,91	19,80	19,70	19,59	19,48	19,37
22	22,20	22,10	22,00	21,90	21,80	21,70	21,59	21,49	21,39	21,28	21,17	21,07	20,96	20,85	20,74	20,63	20,51	20,40	20,28
23	23,20	23,09	22,99	22,88	22,78	22,67	22,56	22,46	22,35	22,24	22,13	22,02	21,90	21,79	21,67	21,55	21,44	21,31	21,20
24	24,20	24,09	23,98	23,87	23,76	23,65	23,54	23,43	23,31	23,20	23,08	22,97	22,85	22,73	22,61	22,48	22,36	22,23	22,11
25	25,20	25,08	24,97	24,86	24,74	24,63	24,51	24,39	24,28	24,16	24,04	23,91	23,79	23,67	23,54	23,41	23,28	23,15	23,02

Man findet die gesuchte Zahl auf dem Kreuzungspunkte zweier gerader Linien; die eine, aus der ersten Spalte, bezeichnet „Abgelesenes Volum“, von links nach rechts gezogen in der Höhe der abgelesenen Zahl; die andere, von oben nach unten gezogen, in der Spalte, welche als Kopf den beim Versuch abgelesenen Temperaturgrad trägt. Die abgelesenen Zehntel sind gleich den um das Zehnfache verkleinerten Beträgen für die ganzen Zahlen.

Beispiel. Hat man 8,5 Grade Kohlensäure bei 20° C gefunden, so entsprechen bei dieser Temperatur:

8,0° = 7,88 Proz. kohlensaurem Calcium,
0,5° = 0,489 „ „ „

und es sind somit 8,369 Proz. kohlensaures Calcium, abgerundet 8,37 Proz., in der untersuchten Knochenkohle enthalten gewesen.

Nachdem man in vorstehender Weise den Gesamtgehalt an Calciumkarbonat in der Knochenkohle bestimmt hat, handelt es sich meistenteils noch um die Feststellung derjenigen Menge Salzsäure, welche erforderlich ist, den „Kalkgehalt“ der Kohle in der Fabrik wieder auf die normale Menge zurückzuführen. Zu diesem Zwecke hat Scheibler die nachstehende Tabelle XII (S. 286) berechnet, welche die für 100 Tle. Knochenkohle anzuwendende Salzsäuremenge von verschiedenem Prozentgehalt oder spezifischem Gewicht angibt. Der ursprüngliche, natürliche Gehalt der Knochenkohle an kohlensaurem Calcium ist dabei zu 7,00 Proz. angenommen.

Beispiel. Hat man nach obenstehendem Beispiele in einer Knochenkohle 8,37 Proz. Calciumkarbonat gefunden, so sind 8,37 — 7,00 = 1,37 Proz. desselben durch Salzsäure zu entfernen, um das natürliche Verhältnis von 7,0 Proz. wieder herzustellen. Gesetzt nun, man habe eine Salzsäure von 1,171 spezifischem Gewicht oder 21° Baumé zur Verfügung, so findet man in der Tabelle XII die anzuwendende Menge Säure in ganz ähnlicher Weise, wie bei Tabelle XI gelehrt.

1,0 Tle. Calciumkarbonat = 2,1534 Tln. Salzsäure von 1,171 sp. Gew.
0,3 „ „ = 0,6460 „ „ „ 1,171 „ „
0,07 „ „ = 0,1507 „ „ „ 1,171 „ „

1,37 Tle. Calciumkarb. bedürfen 2,9501 Tle. Salzsäure von 1,171 sp. Gew.

100 Pfund Knochenkohle mit einem Gehalt von 8,37 Proz. kohlensaurem Calcium müssen demnach mit 2,95 Pfund Salzsäure von 1,171 spezifischem Gewicht (21° Baumé) behandelt werden, um den Gehalt an kohlensaurem Calcium auf 7,0 Proz. zurückzuführen.

Tabelle XII.

Grade nach Baumé	Spezif. Gewicht bei 15° C	Gehalt an Salzsäuregas in Prozenten	Löst Calciumkarbonat in Prozenten	Salzsäuremengen, welche zur Auflösung von je 1, 2 . . . bis 9 Teilen Calciumkarbonat erforderlich sind								
				1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
25,0	1,210	42,4	58,088	1,7217	3,4434	5,1651	6,8868	8,6085	10,3302	12,0519	13,7736	15,4953
24,5	1,205	41,2	56,444	1,7718	3,5437	5,3155	7,0874	8,8592	10,6310	12,4029	14,1747	15,9466
24,0	1,199	39,8	54,526	1,8342	3,6683	5,5025	7,3367	9,1709	11,0050	12,8392	14,6734	16,5075
23,5	1,195	39,0	53,430	1,8718	3,7436	5,6154	7,4872	9,3590	11,2308	13,1026	15,0744	16,8462
23,0	1,190	37,9	51,923	1,9261	5,8522	5,7784	7,7045	9,6306	11,5567	13,4828	15,4090	17,3351
22,5	1,185	36,8	50,416	1,9837	3,9674	5,9511	7,9348	9,9185	11,9022	13,8859	15,8696	18,8533
22,0	1,180	35,7	48,909	2,0448	4,0896	6,1344	8,1792	10,2240	12,2688	14,3136	16,3584	18,4032
21,5	1,175	34,7	47,539	2,1037	4,2075	6,3112	8,4150	10,5187	12,6224	14,7262	16,8299	18,9337
21,0	1,171	33,9	46,443	2,1534	4,3068	6,4602	8,6136	10,7670	12,9204	15,0738	17,2272	19,3806
20,5	1,166	33,0	45,210	2,2121	4,4242	6,6363	8,8484	11,0605	13,2726	15,4847	17,6968	19,9089
20,0	1,161	32,0	43,840	2,2813	4,5625	6,8438	9,1250	11,4063	13,6875	15,9688	18,2500	20,5313
19,5	1,157	31,2	42,744	2,3397	4,6795	7,0192	9,3590	11,6987	14,0384	16,3782	18,7179	21,0577
19,0	1,152	30,2	41,374	2,4172	4,8344	7,2527	9,6689	12,0861	14,5033	16,9205	19,3378	21,7550
18,0	1,143	28,4	38,908	2,5704	5,1408	7,7113	10,2817	12,8521	15,4225	17,9929	20,5634	23,1338
17,0	1,134	26,6	36,442	2,7444	5,4887	8,2331	10,9774	13,7218	16,4662	19,2105	21,9549	24,6992
16,0	1,125	24,8	33,976	2,9436	5,8871	8,8307	11,7742	14,7178	17,6613	20,6049	23,5484	26,4920
15,0	1,116	23,1	31,647	3,1602	6,3203	9,4805	12,6407	15,8009	18,0610	22,1212	25,2814	28,4415
14,0	1,108	21,5	28,455	3,3954	6,7907	10,1861	13,5814	16,9768	20,3721	23,7675	27,1628	30,5582
13,0	1,100	19,9	27,263	3,6683	7,3367	11,0050	14,6734	18,3417	22,0100	25,6785	29,3467	33,0151

D. Bestimmung von schwefelsaurem Calcium (Gips).

Wie schon erwähnt, enthält selbst neue Knochenkohle stets eine geringe Menge, etwa 0,15 bis 0,25 Proz., Gips, welche sich jedoch im Betriebe der Zuckerfabrik durch verschiedene Umstände, durch einen Schwefelsäure- bzw. Gipsgehalt von Wasser, Salzsäure, Kalk usw. sehr erhöhen kann. Da stark gipshaltige Kohle für Säfte und Zucker unbedingt schädlich ist, so sind diesbezügliche häufige und regelmäßige Untersuchungen durchaus erforderlich.

Die quantitative Bestimmung, in nachstehender Weise ausgeführt, ergibt bei genauer Beobachtung der Angaben zuverlässige Zahlen: 25,0 g der gepulverten, lufttrockenen Knochenkohle werden in einem etwa 300 ccm fassenden Kochkolben mit Wasser vollständig durchfeuchtet und mit 100 ccm reiner Salzsäure versetzt, indem man ein durch stürmische Entwickelung von Kohlensäure drohendes Übersteigen des Inhalts durch Zutröpfeln einer geringen Menge Äther verhindert.

Nach Beendigung der Kohlensäureentwickelung erwärmt man den Inhalt, hält 15 Minuten lang in gelindem Sieden, läßt erkalten, gießt ihn unter sorgfältigem Nachspülen in einen 250-ccm-Kolben und füllt, ohne den geringen Rückstand ungelöster Substanzen zu beachten, mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf. Nach gutem Durchschütteln filtriert man die Flüssigkeit mittels eines unbenäßten Faltenfilters in ein trockenes Becherglas; sämtliche Salze der Knochenkohle sind durch die Behandlung mit Säure in Lösung gegangen. Man mißt mittels Pipette 200 ccm des Filtrats, entsprechend 20,0 g Knochenkohle, in einen Kolben ein, erhitzt zum Kochen und setzt so lange unter Umschwenken und tropfenweise eine Lösung von Chlorbaryum hinzu, als noch ein Niederschlag erhalten wird. Alle vorhandene Schwefelsäure wird in Form von schwefelsaurem Baryum ausgefällt. Es ist notwendig, diese Fällung in kochender Flüssigkeit auszuführen, damit das ausgeschiedene Baryumsalz eine körnige Beschaffenheit annimmt, sich schnell zu Boden setzt und infolgedessen gut abzufiltrieren ist. Nach vollständigem Absitzen des Niederschlages, bei sehr geringen Mengen nach mehrstündigem Stehen in der Wärme, filtriert man die klare Flüssigkeit durch ein Filter von bekanntem Aschengehalt ab, während der weiße Niederschlag, soviel wie möglich, zunächst noch im Kolben zurückgelassen wird.

Da das schwefelsaure Baryum bei seiner Fällung eine gewisse Menge anderer Salze, Chlorbaryum, Phosphate usw., mit sich niederreißt, welche durch einfaches Auswaschen mit heißem Wasser nur schwierig zu entfernen sind, so muß man den Niederschlag nochmals mit etwa 50 ccm Wasser und 10 ccm reiner Salzsäure aufkochen, um die erwähnten fremden Beimengungen zu lösen. Anderenfalls

erhält man stets zu hohe Zahlen. Er wird dann erst vollständig auf das Filter gebracht, mit heißem Wasser gut ausgewaschen, geglüht und gewogen. Nach Abzug der Filterasche erhält man durch Multiplikation mit dem Faktor 0,5833 die dem Baryumsulfat entsprechende Menge Calciumsulfat oder Gips.

Beispiel. Aus 20,0 g Kohle wurden nach der beschriebenen Methode 0,055 g schwefelsaures Baryum erhalten; $0{,}055 \times 0{,}5833 = 0{,}03208$ g Gips in 20,0 g Kohle; auf 100 berechnet: $0{,}03208 \times 5 = 0{,}16$ Proz. Gips.

Man entfernt im Fabrikbetriebe einen Gehalt von Gips aus der Knochenkohle durch Auskochen derselben mit einer verdünnten Lösung von kohlensaurem Natrium (Soda) oder Ätznatron (kaustischer Soda). Es vollzieht sich dabei eine Umsetzung der betreffenden Verbindungen zu leicht löslichem, schwefelsaurem Natrium, welches durch Auswaschen mit Wasser entfernt wird, und kohlensaurem Calcium, bzw. Calciumhydrat, welche bei der späteren Behandlung mit Salzsäure in Lösung gehen [1]).

Um die erforderliche Menge Soda oder Ätznatron zu berechnen, multipliziert man den Prozentgehalt der Knochenkohle an Gips im ersteren Falle mit dem Faktor 0,7785, im letzteren mit dem Faktor 0,5877 und erhält als Produkt diejenige Menge der betreffenden Stoffe in Pfunden ausgedrückt, welche auf je 100 Pfund Knochenkohle beim Kochen derselben mit Wasser zugesetzt werden muß. Sie wird auf den Prozentgehalt der tatsächlich benutzten Chemikalien umgerechnet.

Beispiel. Zur Entfernung von 0,16 Proz. Gips würden demnach $0{,}16 \times 0{,}7785 = 0{,}125$ Pfund reine kalzinierte Soda (von 100 Proz.) auf je 100 Pfund Knochenkohle erforderlich sein.

Bei Verwendung einer Soda von nur 95,0 Proz. kohlensaurem Natrium würde aber nach dem Ansatz:

$$95{,}0 : 100 = 0{,}125 : x,$$
$$x = 0{,}131$$

der Zusatz auf 0,131 Pfund für je 100 Pfund Kohle zum Kochwasser zu erhöhen sein.

Da nach Versuchen von Stammer [2]) die so bewirkte Zersetzung des Gipses in der Knochenkohle immer nur unvollständig erfolgt, so ist es ratsam, in jedem Falle bei Anwendung der wie oben berechneten Menge Soda bzw. Ätznatron das erforderliche Quantum zu verdoppeln.

---

[1])
$$CaSO_4 + Na_2CO_3 = CaCO_3 + Na_2SO_4$$
oder:
$$CaSO_4 + 2NaOH = Ca(OH)_2 + Na_2SO_4$$

[2]) Stammer, Zuckerfabrikation, II. Aufl., S. 681.

E. Bestimmung des Schwefelcalciums.

Wenn bei dem Zusammenbringen von Knochenkohle mit Salzsäure, wie z. B. bei der Bestimmung des kohlensauren Calciums, sich ein Geruch nach Schwefelwasserstoffgas bemerkbar macht, so ist derselbe stets ein Beweis für das Vorhandensein von Schwefelcalcium in der Kohle. Die Salzsäure oder Chlorwasserstoffsäure und das Schwefelcalcium setzen sich zu Chlorcalcium und Schwefelwasserstoffgas um [1]).

Die quantitative Bestimmung desselben bedingt stets eine gleichzeitige Bestimmung des schwefelsauren Calciums. Indem man die Gesamtmenge des in der Knochenkohle enthaltenen Schwefels feststellt und von dieser diejenige Menge in Abzug bringt, welche in Form von schwefelsaurem Calcium vorhanden ist, erhält man als Rest denjenigen Betrag an Schwefel, welcher als Schwefelcalcium in der Kohle zugegen war.

25,0 g lufttrockene, fein zerriebene Knochenkohle werden in einem Kochkolben mit etwa 1,0 g gepulvertem chlorsauren Kalium versetzt, mit heißem Wasser durchfeuchtet und unter den oben (bei der Gipsbestimmung) angegebenen Vorsichtsmaßregeln gegen etwaiges Überschäumen mit 100 ccm reiner konzentrierter Salzsäure übergossen [2]). Schon in der Kälte beginnt dieselbe das chlorsaure Kalium zu zersetzen; es entsteht freies Chlor, welches unter gleichzeitigem Zerfall von Wasser die Umwandlung des vorhandenen Schwefelcalciums zu schwefelsaurem Calcium bewirkt [3]). Man erhitzt, hält 10 bis 15 Minuten in gelindem Sieden, verdünnt die entstandene Lösung mit Wasser und bringt sie ohne Verlust in einen 250-ccm-Kolben.

Nach dem vollständigen Abkühlen füllt man bis zur Marke mit destilliertem Wasser auf, schüttelt gut durch und filtriert durch ein ungenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Gefäß. In 200 ccm dieser Lösung, entsprechend 20,0 g Kohle, fällt man die Schwefelsäure durch Chlorbaryum und verfährt genau in der bei der Gipsbestimmung angegebenen Weise. Man erhält so eine dem Gesamtgehalte an Schwefel entsprechende Menge schwefelsauren Baryums. Bringt man hiervon diejenige Menge in Abzug, welche dem gleichzeitig bestimmten Gips entspricht, so ergibt der Rest des Baryumsalzes, mit dem Faktor 0,3091 multipliziert, die Menge des vorhanden gewesenen Schwefelcalciums.

Die Methode gibt völlig zufriedenstellende Ergebnisse, wenn der Gehalt an Schwefelcalcium ganz geringe Mengen nicht überschreitet.

---

[1]) $CaS + 2HCl = CaCl_2 + H_2S$.

[2]) Der Zusatz von Äther, um Überschäumen zu verhindern, darf nur ein ganz geringer sein, da sich aus diesem und dem frei werdenden Chlor entzündliche, leicht explosive Gasgemische bilden können.

[3]) $CaS + 4H_2O + 8Cl = 8HCl + CaSO_4$.

Bei Anwesenheit erheblicherer Mengen entweicht aber fast immer ein Teil des gebildeten Schwefelwasserstoffgases unzersetzt und die Analyse fällt somit fehlerhaft aus.

Aus diesem Grunde muß man sich stets vergewissern, ob bei der vorstehenden Behandlung der Kohle mit Salzsäure kein freies Schwefelwasserstoffgas auftritt; man prüft auf Geruch und mittels angefeuchteten Bleipapiers, mit welchem man die Öffnung des Kochkolbens kurze Zeit bedeckt hält. Es darf sich weder der bekannte Geruch des Gases noch eine Bräunung des feuchten Bleipapiers (durch Entstehung von Schwefelblei) zeigen. Treten diese Reaktionen ein, so ist eine neue Probe abzuwägen und die Oxydation des Schwefelcalciums durch Brom in alkalischer Flüssigkeit, wie nachstehend, vorzunehmen.

Man bringt zu den 25 g Knochenkohle im Kochkolben 10 ccm einer 25 prozentigen schwefelsäurefreien Kalilauge [1]) und 10 bis 20 ccm Wasser, setzt darauf so viel Bromwasser und etwas reines Brom hinzu, bis die Flüssigkeit deutlich danach riecht, erwärmt und macht sie durch allmählichen Zusatz von Salzsäure stark sauer. Man kocht nun 15 bis 20 Minuten lang, läßt erkalten, bringt die Flüssigkeit verlustlos in einen 250-ccm-Kolben und verfährt weiter genau, wie oben beschrieben. Auch hier bringt man schließlich 200 ccm des Filtrats zur Fällung.

Bei diesem Verfahren wird man niemals ein Entweichen von Schwefelwasserstoffgas wahrnehmen können [2]).

Beispiel. Aus 20,0 g Kohle sind nach der einen oder anderen dieser Methoden 0,094 g Baryumsulfat erhalten, während die gleiche Menge Kohle bei der Gipsbestimmung nur 0,055 g ergab. Die Differenz, 0,094 — 0,055 = 0,039 g schwefelsaures Baryum, würde dem in der Kohle enthalten gewesenen Schwefelcalcium entsprechen. Durch Multiplikation dieser Zahl mit dem genannten Faktor: 0,039 × 0,3091 erhält man 0,012055 g Schwefelcalcium in 20,0 g Kohle, mithin in 100 g:

$$0{,}012055 \times 5 = \mathbf{0{,}06} \text{ Proz. Schwefelcalcium.}$$

F. Bestimmung der organischen Stoffe.

Die Bestimmung derselben ist immer nur qualitativer Art, und ihre Nachweisung in der Knochenkohle geschieht am einfachsten durch Kochen derselben mit einer verdünnten Natron- oder Kalilauge. Nimmt diese hierbei eine braune Färbung an, so enthält die Kohle organische Stoffe, und zwar um so mehr, je dunkler die Lauge sich färbt. Eine gut gereinigte, wiederbelebte Knochenkohle darf die Lauge nicht bräunen.

---

[1]) Ist die zu benutzende Lauge nicht schwefelsäurefrei, so stellt man den Gehalt derselben an Schwefelsäure fest, übersättigt zu diesem Zwecke 100 ccm mit Salzsäure nach starker Verdünnung mit Wasser und fällt mit Chlorbaryumlösung. Den auf 10 ccm entfallenden Betrag an schwefelsaurem Baryum bringt man dann demnächst nach der Wägung in Abzug und hält die Lauge für solche Bestimmungen vorrätig.

[2]) Rössing, Zeitschr. f. analyt. Chemie **41**, 610.

G. Bestimmung der Entfärbungskraft.

Die Bestimmung der entfärbenden Kraft der Knochenkohle kann entweder im großen durch den Fabrikbetrieb oder im Laboratorium durch einen Versuch mit einer kleinen Probe der zu prüfenden Kohle geschehen. Zu beiden Untersuchungen dient das S. 154 u. f. beschriebene Farbenmaß von Stammer.

a) Bestimmung durch den Fabrikbetrieb. Man stellt zunächst den Zuckergehalt der Durchschnittsmuster des unfiltrierten, wie auch des filtrierten Saftes mittels Polarisation fest, bestimmt die Farbe beider Säfte auf 100 Tle. Zucker bezogen (nach S. 157) und findet in dem Unterschied dieser beiden Zahlen den Ausdruck für die durch die Kohle entfernte Farbenmenge. Es wird dieselbe in Prozenten der ursprünglichen Farbe angegeben.

Man kann auch mit Umgehung der Zuckerbestimmung die erhaltenen Farbenzahlen miteinander vergleichen, wenn man beide Säfte auf gleiches Saccharometergewicht bringt (S. 225).

Beispiel. Die Polarisation eines unfiltrierten Dünnsaftes ergab 10,2 Proz. Zucker und die Bestimmung der Farbe, bei einer Ablesung von 15 Graden der Skala: $\frac{100}{15} = 6{,}7$. Auf 100 Tle. berechnet, enthält mithin der Saft, nach dem Ansatz $10{,}2 : 100 = 6{,}7 : x$,

$$x = 65{,}7 \text{ Farbe.}$$

Der filtrierte Dünnsaft ergab 10,4 Proz. Zucker, abgelesene Grade am Farbenmaß $= 45{,}0$, mithin: $\frac{100}{45{,}0} = 2{,}2$ und auf 100 Zucker bezogen:

$$10{,}4 : 100 = 2{,}2 : x,$$
$$x = 21{,}2 \text{ Farbe.}$$

Der Unterschied zwischen diesen beiden, die Stärke (Intensität) der Farben bezeichnenden Zahlen, $65{,}7 - 21{,}2 = 44{,}5$ entspricht der durch die Knochenkohle weggenommenen (absorbierten) Farbenmenge; mithin sind

$$65{,}7 : 44{,}5 = 100 : x,$$
$$x = 67{,}7 \text{ Proz.}$$

des im unfiltrierten Dünnsafte enthaltenen Farbstoffes vermittelst der Filtration durch die Knochenkohle entfernt worden.

b) Ausführung eines Versuches im Laboratorium. Man löst zunächst eine beliebige Menge einer Melasse, etwa 200 bis 250 g zu 1000 ccm, und bestimmt die Farbe der Lösung. Die zu prüfende Kohle wird, wenn tunlich, in frisch ausgeglühtem Zustande, anderenfalls bei 140° C getrocknet, zu der Bestimmung verwendet; es muß dabei die Körnung derselben bei den verschiedenen Kohlen, deren

Entfärbungskraft bestimmt und verglichen werden soll, möglichst eine gleiche sein.

Man übergießt in einer Porzellanschale 100 g der zu prüfenden Kohle mit 400 ccm obiger Melasselösung und bestimmt durch Wägung das Gesamtgewicht der gefüllten Schale. Der Inhalt wird hierauf zum Sieden erhitzt und fünf Minuten lang im Kochen erhalten. Nach vollständigem Erkalten wird, um die Konzentration der Lösung wieder auf die vorherige Stärke zu bringen, die Schale abermals auf die Wage gebracht und das beim Kochen verdampfte Wasser genau ersetzt. Nachdem der Inhalt gut gemischt und filtriert ist, bestimmt man die Farbe abermals. Der Unterschied zwischen den beiden Farbenzahlen entspricht der durch die Kohle bewirkten Entfärbung, und wird auf 100 der ursprünglichen Farbe berechnet.

Beispiel. 200 g einer Melasse, auf 1 Liter verdünnt, gaben eine Lösung von 24,2 Farbe.

Nach der Behandlung der Lösung mit einer „neuen“, noch nicht gebrauchten Knochenkohle in vorstehend beschriebener Weise wurde die Farbe zu 3,5 bestimmt. Die Entfärbung betrug mithin: 24,2 — 3,5 = 20,7 und auf 100 der ursprünglichen Farbe berechnet:

$$24{,}2 : 20{,}7 = 100 : x,$$
$$x = 85{,}5 \text{ Proz.}$$

H. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Siehe darüber unter 8. (S. 268) im Abschnitt „Zucker“.

J. Bestimmung der Phosphorsäure.

Siehe darüber unter 3 B im Abschnitt „Künstliche Düngemittel“.

Zusammenstellung der Analysenergebnisse.

Beispiel: Die Analyse einer lufttrockenen Knochenkohle lieferte, wie vorstehend nach A bis E untersucht, folgende Werte:

9,76	Proz.	Kohlenstoff,
8,01	„	kohlensaures Calcium,
0,16	„	schwefelsaures Calcium (Gips),
0,06	„	Schwefelcalcium,
0,23	„	Sand und Ton,
7,20	„	Wasser,
74,58	„	Rest (Phosphate usw.).
100,00	Proz.	

Die Berechnung auf Trockensubstanz oder wasserfreie (bei 140° C getrocknete) Kohle geschieht, unter Zugrundelegung der aus dem Wassergehalt sich ergebenden Zahl für Trockensubstanz (100,0 — 7,20 = 92,80 Proz.), nach dem Ansatz:

$$92{,}80 : 9{,}76 \text{ Proz. Kohlenstoff} = 100 : x \text{ Proz. Kohlenstoff},$$
$$x = 10{,}51 \text{ Proz. Kohlenstoff.}$$

In gleicher Weise, auch für die übrigen Stoffe umgerechnet, würde die Analyse in nachstehender Form abzugeben sein:

„Die untersuchte Knochenkohle enthielt im wasserfreien Zustande (bei 140° C getrocknet):

10,51	Proz.	Kohlenstoff,
8,63	„	kohlensaures Calcium,
0,17	„	schwefelsaures Calcium,
0,06	„	Schwefelcalcium,
0,25	„	Sand und Ton,
80,38	„	Rest (Phosphate usw.).
100,00	Proz.	

Feuchtigkeitsgehalt im ungetrockneten Zustande: 7,20 Proz."

III.

Wasser.

Allgemeines.

Das in der Natur sich vorfindende, beim Betriebe der verschiedenen Gewerbe und Industriezweige benutzte Wasser ist niemals rein im chemischen Sinne. Beim Fließen in und auf der Erde mit löslichen Stoffen aller Art zusammentreffend, nimmt es, je nach den Löslichkeitsverhältnissen derselben, mehr oder weniger von ihnen auf und wird dadurch in bezug auf seinen Wert und seine Brauchbarkeit für viele Verwendungen ungünstig beeinflußt.

Man pflegt zwischen hartem und weichem Wasser zu unterscheiden und nennt ein hartes Wasser ein an aufgelösten mineralischen Stoffen, im besonderen an Calcium- und Magnesiumsalzen reiches, ein weiches ein an diesen Salzen armes Wasser.

Die Aufnahme solcher festen, mineralischen Substanzen findet teils durch direkte Auflösung, teils durch Vermittelung der in Wasser gelösten Kohlensäure statt, indem lösliche Bikarbonate, sogenannte doppeltkohlensaure Salze entstehen. Wässer, deren Härte durch solche Verbindungen verursacht wird, trüben sich beim Erwärmen; die eine Hälfte der in jenen Salzen vorhandenen Kohlensäure, welche lockerer gebunden ist, spaltet sich wieder ab und läßt einfachkohlensaure Salze zurück, welche, in Wasser unlöslich, sich in fester Form ausscheiden und dadurch jene Trübung hervorrufen.

Die Art der Verwendung von Wasser in den Zuckerfabriken ist im wesentlichen eine zweifache; man bedarf Speisewasser für die Dampfkessel und sogenanntes Betriebswasser. Ein zum Speisen der Kessel dienendes Wasser soll möglichst weich sein, d. h. beim Eindampfen nur wenig feste Rückstände (Kesselstein) hinterlassen. Abgesehen von der Menge ist die Zusammensetzung dieser festen Rückstände zu beachten, namentlich sind Wässer mit hohem Gipsgehalt äußerst nachteilig, da sich beim Verdampfen gipshaltigen Wassers der Kesselstein vorzugsweise in Form äußerst fester und harter Krusten an die Kesselwandungen anlegt. Wässer mit bedeutendem Gehalt an kesselsteinbildenden Stoffen müssen durch Zusatz geeigneter Fällungsmittel von denselben tunlichst befreit und vor dem Eintritt in die Kessel gereinigt werden.

Auch Chlorverbindungen darf ein gutes Kesselspeisewasser in größerer Menge nicht enthalten; besonders nachteilig ist ein Gehalt an Chlormagnesium, welches in der Hitze und unter Druck Chlorwasserstoffsäure abspaltet, wodurch die inneren Kesselwandungen, Pumpen, Ventile und Rohrleitungen angegriffen und zerstört werden.

Schwefelwasserstoff, Säuren (in Moor- oder Grubenwässern), Fette und Ammoniak (in Kondensationswässern) sind den Speisewässern ebenfalls fernzuhalten und schädigen die Kessel oder die Armaturen.

Auch das Betriebswasser, welches zum Auslaugen der Rübenschnitzel, zum Löschen und Waschen des Scheidekalkes, zum Absüßen der Pressen und Filter, zur Kondensation, zur Reinigung der Knochenkohle usw. gebraucht wird, muß ebenfalls möglichst rein, weich, hauptsächlich frei von Gips und zugleich von Alkalisalzen sein. Ein größerer Gehalt an Gips bringt hier insofern Nachteile, weil infolgedessen die Kohle der Filter gipshaltig werden und Anlaß zu späterer Bildung von Schwefelcalcium bieten kann; die leicht löslichen und durch Zusätze irgend welcher Art nicht zu beseitigenden Alkaliverbindungen dagegen bewirken beim Verbleib in den Säften demnächst eine vermehrte Melassebildung und bei sehr reichlichem Vorkommen leicht einen erhöhten Salzgehalt in den fertigen Zuckern.

Die in Frage kommenden Wässer sind entweder Flußwässer oder Quellwässer (Brunnenwässer). Das Flußwasser enthält in den meisten Fällen bedeutend weniger feste Stoffe als das Quellwasser, da sich die obenerwähnte Ausscheidung kohlensaurer Salze bereits bei der längeren Berührung mit der Luft, beim Fließen des Wassers vollzieht. Es ist aus diesem Grunde im allgemeinen dem Quellwasser vorzuziehen; doch findet es sich bisweilen durch Abflüsse aus bewohnten Orten oder Fabriken derartig durch organische und andere Stoffe verunreinigt, daß es nicht ohne Nachteile in Zuckerfabriken zu verwenden ist. Ein gutes, allen Ansprüchen genügendes Wasser soll bei einem geringen Gehalte an festen, mineralischen Substanzen zugleich möglichst frei sein von gelösten organischen Stoffen und deren Zersetzungsprodukten, von Salpetersäure, salpetriger Säure und Ammoniak.

Wenn auch die letztgenannten Verbindungen, wo sie nicht in ausnahmsweise größeren Mengen auftreten, nachteilige Wirkungen im Laufe der Fabrikation schwerlich ausüben, so daß eine Bestimmung derselben in den meisten Fällen unterbleiben kann, so ist doch der Vollständigkeit halber neben den hier wichtigeren Untersuchungsmethoden auch eine Beschreibung der dahin schlagenden Reaktionen und Untersuchungen im nachstehenden hinzugefügt worden. Es kann immer nur von Wert sein, die genaue und vollständige Zusammensetzung des Wassers, welches für den Gebrauch und den Betrieb der Fabrik zur Verfügung steht, feststellen und übersehen zu können.

Ausführung der Untersuchungen.

Wenn das zu untersuchende Wasser vollständig klar ist, so kann es ohne weiteres zu den verschiedenen Bestimmungen abgemessen werden; finden sich dagegen, wie gewöhnlich, trübende (suspendierte) Stoffe, Niederschläge oder sonstige Verunreinigungen, so muß man für die meisten Bestimmungen es vorher filtrieren. Die auf dem Filter verbleibenden Rückstände sucht man, ihrer Abstammung nach, tunlichst zu bestimmen; wenn erforderlich, auch ihre Menge. Im letzteren Falle filtriert man je nach der Menge der trübenden Stoffe ein genau abgemessenes Quantum Wasser, ein Liter oder mehr, und verwendet ein bei 100 bis 110° C getrocknetes, gewogenes Filter, dessen Mehrgewicht nach dem Filtrieren und abermaligem Trocknen ermittelt wird.

Wenn notwendig, verbrennt man sodann Filter und Inhalt im Platinschälchen, glüht bis zur völligen Veraschung, befeuchtet, um etwa entstandenes Calcium-, bzw. Magnesiumoxyd wieder an Kohlensäure zu binden, den Glührückstand mit einigen Tropfen einer Lösung von reinem, kohlensaurem Ammon, trocknet, glüht gelinde und wägt wieder.

Man erhält auf diese Weise die Menge des anorganischen und des organischen Anteils der die Trübung verursachenden Stoffe.

Ist die Trübung durch aufgeschwemmte, feine Tonteilchen verursacht, welche leicht mit durch das Filter gehen, so läßt man das Wasser einige Tage ruhig stehen, zieht die klarer gewordene Flüssigkeit mittels eines Hebers von dem Bodensatze ab und filtriert sie dann erst.

Man unterwirft das filtrierte Wasser zunächst einer qualitativen Vorprüfung, um über die ungefähre Beschaffenheit desselben sich zu vergewissern und danach auch die zu den einzelnen quantitativen Bestimmungen erforderlichen Mengen bemessen zu können. Etwa 50 ccm werden in einem Kölbchen erhitzt und 10 bis 15 Minuten im Kochen erhalten. Entsteht dadurch eine starke Trübung, so enthält das Wasser reichliche Mengen von zweifachkohlensaurem Calcium, bzw. Magnesium gelöst. Beim Kochen verlieren diese Salze die Hälfte ihrer Kohlensäure und unlösliche, einfachkohlensaure Verbindungen scheiden sich aus. Ein Zusatz von Salzsäure löst, unter stürmischem Aufbrausen der frei werdenden Kohlensäure, die entstandene Trübung sofort auf, in der sauren Flüssigkeit ruft ein Zusatz von Chlorbaryumlösung bei Gegenwart von Sulfaten einen Niederschlag von schwefelsaurem Baryum hervor, welcher in seiner größeren oder geringeren Stärke dem vor-

handenen Gehalt an Sulfaten, zumeist schwefelsaurem Calcium oder Gips, entspricht. Zu einer neuen Wasserprobe fügt man eine Lösung von oxalsaurem Ammon. Die Entstehung eines stärkeren oder schwächeren Niederschlages von oxalsaurem Calcium gibt Aufschluß über die Gesamtmenge der vorhandenen Kalksalze. Schließlich prüft man eine dritte Probe auf vorhandene Chlorverbindungen, indem man nach Zusatz von etwas Salpetersäure einige Tropfen einer Lösung von Silbernitrat hinzufügt. Bei schwachem Chlorgehalt entsteht eine Trübung, bei starkem eine flockige Fällung von Silberchlorid.

Sind die ersterwähnten Niederschläge sehr erheblich, so hat man ein hartes, anderenfalls ein weiches Wasser vor sich; im letzteren Falle hat man die für die quantitativen Bestimmungen abzumessenden Wassermengen tunlichst groß zu nehmen.

Zu den im nachstehenden beschriebenen, quantitativen Bestimmungen der mineralischen Stoffe verwendet man nur filtriertes, ganz klares Wasser.

A. Bestimmung des Abdampfrückstandes oder festen Gesamtrückstandes.

In einer gewogenen, etwa 100 bis 150 ccm fassenden Porzellanschale, oder besser in einer Platinschale von gleicher Größe verdampft man auf einem Wasserbade 500 bis 1000 ccm des zu untersuchenden Wassers.

Die dazu bestimmte Menge ist vorher in einem Kolben abzumessen und wird in kleinen Anteilen, allmählich und verlustlos in die Schale eingegossen. Die letzten Reste werden aus dem Kolben mit destilliertem Wasser nachgespült, den trockenen Rückstand läßt man bis zur Gewichtsbeständigkeit (etwa 2 bis 3 Stunden) bei einer Temperatur von 110 bis 120° C im Trockenschranke stehen, sodann im Exsikkator erkalten und wägt. Die ermittelte Zunahme gegen das Gewicht der leeren Schale ist gleich der Summe der vorhandenen festen Stoffe[1]).

Man achte darauf, daß das Verdampfen an einem staubfreien Orte vor sich gehe, die Schale fülle man nie höher, als etwa zu drei Viertel ihres Inhaltes.

Bei sehr weichen, also wenig Rückstand hinterlassenden Wässern verdampft man eine entsprechend größere Menge, 2 oder 3 Liter und mehr. Der Gesamtrückstand sei nicht zu gering — nicht unter 0,5 g —, anderenfalls erhält man bei den weiter damit vorzunehmenden Einzelbestimmungen zu kleine Mengen und damit weniger zuverlässige Ergebnisse.

---

[1]) Da die Berechnung und Zusammenstellung erst nach der Ausführung aller Einzelbestimmungen möglich, so sind die betreffenden Beispiele sämtlich am Schlusse dieses Abschnittes vereinigt.

B. Bestimmung der mineralischen Stoffe und des Glühverlustes.

Der gewogene Abdampfrückstand wird schwach geglüht (nicht über „dunkle Rotglut" hinausgehend), bis die organischen Stoffe vollständig verbrannt sind und der Rückstand eine weiße Farbe angenommen hat. Bei sehr reichlichen Mengen organischer Stoffe ist ein völliges „Weißbrennen" der Asche ohne weiteres schwer, bisweilen gar nicht zu erreichen; man kann den erkalteten Inhalt in solchem Falle mit einigen Tropfen einer Lösung von salpetersaurem Ammon befeuchten, eintrocknen und vorsichtig wieder zum Glühen bringen, wobei dann unter gleichzeitiger Zersetzung und Verflüchtigung des zugefügten Salzes die Verbrennung der zurückgebliebenen Kohlenreste leicht erfolgt.

Nach dem Erkalten fügt man zu dem Rückstande etwas kohlensäurehaltiges Wasser[1]) (welches man durch anhaltendes Einleiten von Kohlensäuregas in kaltes, destilliertes Wasser herstellte), um etwa durch das Glühen des Rückstandes entstandene Oxyde der Erdalkalien in Kohlensäuresalze zurückzuführen, trocknet ein, glüht nochmals schwach, läßt unter einem Exsikkator erkalten und wägt abermals. Der Unterschied zwischen den hier erhaltenen Zahlen und dem vorher ermittelten Gewichte des Abdampfrückstandes ergibt die Menge des Glühverlustes und der mineralischen Stoffe. Es ist erforderlich, die Behandlung mit kohlensäurehaltigem Wasser zu wiederholen, und man schreibt das Gewicht endgültig erst dann auf, wenn die beiden letzten Wägungen miteinander übereinstimmen.

Dieser so erhaltene „Glühverlust" ist nicht als „organische Substanz" zu bezeichnen, da er neben dieser zugleich aus dem chemisch gebundenen Wasser, aus den Zersetzungsprodukten etwa vorhandener Salpetersäure, salpetriger Säure und anderer Körper sich zusammensetzt, sein Betrag stimmt daher fast niemals mit der Menge der direkt ermittelten organischen Stoffe überein und wird aus diesem Grunde bei der Zusammenstellung der Untersuchungsergebnisse stets nur unter obiger Bezeichnung aufgeführt.

C. Bestimmung der Kohlensäure.

Die Kohlensäure findet sich im Wasser in drei verschiedenen Formen: frei, halb gebunden und ganz gebunden. Die Bestimmung der in den beiden erstgenannten Formen vorhandenen Menge hat für den vorliegenden Zweck keine Wichtigkeit, sie verflüchtigt sich beim Eindampfen des Wassers vollständig und in dem wie oben behandelten

---

[1]) Das früher zu diesem Zwecke benutzte kohlensaure Ammon ist ungeeignet, da es zu Zersetzungen der vorhandenen Mineralstoffe führen kann. Vgl. Rössing, „Über die Anwendbarkeit des kohlensauren Ammons in der Wasseranalyse". (Zeitschr. f. analyt. Chemie 1897, S. 359.)

Glührückstande verbleibt nur die zu einfachkohlensauren Salzen gebundene Kohlensäure.

Zu deren Bestimmung benutzt man zweckmäßig den verbesserten Geißlerschen Apparat, wie ihn Fig. 110 zeigt. Die in dem Glührückstande enthaltenen Kohlensäuresalze werden in diesem Apparate durch eine stärkere Säure zersetzt; die Kohlensäure entweicht und der dadurch entstehende Gewichtsverlust wird durch vor- und nachherige Wägung ermittelt. Der Apparat besteht im wesentlichen aus drei Teilen: dem Glaskölbchen *A*, dem Säurebehälter *B* und dem Trockengefäß *C*. *B* und *C* sind in *A* luftdicht eingeschliffen; *B* trägt an seinem unteren, in *A* befindlichen Ende ein offenes, nach oben gebogenes Glasröhrchen, durch welches beim Öffnen des Glashahnes *c* die zersetzende Säure zu dem Kolbeninhalt tritt. *C* ist bestimmt, etwas reine konzentrierte Schwefelsäure aufzunehmen, welche vermöge ihrer wasseranziehenden Eigenschaft dem in *A* entwickelten, durch den oben offenen Röhrenstopfen *d'* austretenden Kohlensäuregase jede Spur von etwa mitgerissener Feuchtigkeit nimmt.

Fig. 110.

Beim Gebrauch des Apparates entfernt man zunächst *B* und *C* und bringt mittels eines kleinen Trichters den geglühten und gewogenen und mit sehr wenig Wasser aufgeweichten Inhalt der Schale (S. 298), also den gesamten Abdampfrückstand des Wassers, in das Kölbchen *A*. Zum Loslösen und Abreiben der oft fest anhaftenden Teile des Rückstandes bedient man sich mit Vorteil eines in der von Fig. 111 angegebenen Weise gebogenen und an einem Ende mit einem kurzen Gummischlauch überzogenen Glasstabes. Man bemißt den Wasserzusatz derartig sparsam, daß das Kölbchen nach dem völligen Einspülen des Abdampfrückstandes nicht höher als zu einem Viertel gefüllt ist. In den Aufsatz *C* gibt man alsdann nach Abnahme des Stopfens *d'* so viel konzentrierte Schwefelsäure, wie aus der Figur ersichtlich; das Gefäß *B*

Fig. 111.

$\frac{1}{2}$

endlich wird mit Salzsäure gefüllt, indem man *d* entfernt, den Hahn *c* schließt und die Säure vorsichtig etwa bis zu der auf der Figur angegebenen Höhe oben eingießt. Sämtliche eingeschliffenen Stellen werden mit einer Spur Fett bestrichen, worauf *B* und *C* eingefügt und unter leichtem Drehen festgesetzt werden.

So hergerichtet, wird der Apparat mit seiner ganzen Füllung ohne Verzug genau gewogen.

Sobald man nun den Hahn *c*, welcher sehr leicht gehen muß, vorsichtig dreht und um einen sehr geringen Betrag öffnet, fließt aus *B* ein kleiner Teil Salzsäure in den Kolben *A* und bewirkt sofort eine Zersetzung der hier befindlichen Kohlensäuresalze. Das entwickelte Gas tritt durch die beiderseits offene Röhre *i* in den Aufsatz *C*, drängt sich in kleinen Blasen durch die Schwefelsäure und entweicht aus *d'*, nachdem es alle aus *A* mitgerissene Feuchtigkeit an die Schwefelsäure abgegeben. Nimmt die Gasentwickelung ab, während man die Flüssigkeit in *A* durch sanftes Bewegen des Apparates fortwährend mischt und aufrührt, so läßt man so lange neue Salzsäure hinzutreten, bis völlige Zersetzung erreicht ist und keine Gasblasen mehr die Schwefelsäure durchstreichen. Jetzt erhitzt man *A* vorsichtig über einer sehr kleinen Flamme bis fast zum Sieden seines Inhaltes, um dadurch auch noch die von der Flüssigkeit gelöste Kohlensäure auszutreiben, und saugt sodann, nachdem man den Gummiverschluß *a* von dem Röhrenstopfen abgenommen, mittels eines längeren, an *d'* angebrachten, dünnen Gummischlauches so lange Luft durch den Apparat, bis der scharfe, säuerliche Geschmack der Kohlensäure verschwunden, dieselbe mithin vollständig aus dem Apparate verdrängt ist.

Das Ansaugen muß sehr behutsam geschehen; die Schwefelsäure darf den Stopfen *d'* nie erreichen, da anderenfalls leicht Anteile derselben in den Gummischlauch gelangen, wodurch unvermeidlich Gewichtsverluste eintreten würden.

Nachdem dann der Schlauch von *d'* entfernt, der Gummiverschluß bei *a* wieder aufgesetzt ist, wird der Apparat nach dem Erkalten gewogen; der Gewichtsunterschied entspricht der in dem Gesamtrückstande vorhanden gewesenen Menge Kohlensäure.

D. Bestimmung der Kieselsäure, des Eisenoxydes und der Tonerde, des Calcium- und des Magnesiumoxydes.

Nach Beendigung der Kohlensäurebestimmung nimmt man den Apparat sorgfältig auseinander, spült diejenigen Teile von *B* und *C*, welche mit der in *A* befindlichen Lösung in Berührung kamen, mit destilliertem Wasser mittels einer Spritzflasche in ein Becherglas ab, gießt den Inhalt des Kölbchens *A* verlustlos in eine Porzellanschale und dampft die Lösung unter allmählichem Zusatz der erwähnten Waschwässer auf dem Wasserbade vollständig ein, bis durchaus keine

sauren Dämpfe mehr entweichen und der Rückstand staubtrocken erscheint.

Nach dem Erkalten durchfeuchtet man ihn gleichmäßig mit Salzsäure, fügt zu der halbflüssigen Masse nach etwa 15 Minuten 50 bis 60 ccm heißes Wasser, erwärmt kurze Zeit auf dem Wasserbade und filtriert sodann über ein kleines Filter von bekanntem Aschengehalte die durch diese Behandlung unlöslich gewordene Kieselsäure ab, welche auf dem Filter mit heißem, destilliertem Wasser so lange ausgewaschen wird, bis ein Tropfen der ablaufenden Flüssigkeit auf Zusatz von Silbernitratlösung keine Trübung mehr gibt.

Dann trocknet man den Niederschlag, glüht ihn und wägt.

Das Filtrat nebst Waschwasser wird in einem kleinen Becherglase zur Bestimmung des Eisenoxydes und der Tonerde bis nahe zum Sieden erwärmt, vorsichtig mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion versetzt und so lange erhitzt, bis der Geruch nach Ammoniak wieder gänzlich verschwunden ist. Die heiße Flüssigkeit wird dann sofort von dem ausgeschiedenen Niederschlage, der aus den Oxydhydraten des Eisens und Aluminiums besteht, durch Filtrieren getrennt.

Man fängt das Filtrat in einem Becherkolben auf, welcher mit einer Marke für 250 ccm versehen ist, wäscht den erhaltenen Niederschlag auf dem möglichst klein zu wählenden Filter mit wenig heißem Wasser aus, bis ein Tropfen des Filtrats auf Platinblech keinen glühbeständigen Rückstand mehr hinterläßt, bringt das Filter mit Inhalt in ein Platinschälchen, verbrennt, glüht und wägt; das erhaltene Gewicht entspricht nach Abzug der Filterasche dem Gehalte an Eisenoxyd und Tonerde. Eine Trennung derselben hat für den vorliegenden Zweck keinen praktischen Wert.

Das in dem Becherkolben befindliche Filtrat dient zunächst zur Bestimmung des Calciumoxydes. Zu diesem Zwecke wird die Flüssigkeit mit etwas Essigsäure angesäuert, sodann siedend heiß und unter fortwährendem, vorsichtigem Umschwenken mit einer Lösung von oxalsaurem Ammon so lange versetzt, als noch ein Niederschlag entsteht[1]). Man läßt alsdann erkalten, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke und läßt den Niederschlag — oxalsaures Calcium — sich absetzen, was nach genügendem Zusatz des Fällungsmittels schnell und vollständig vor sich geht. Ist die Menge des Niederschlages sehr erheblich, so benutzt man zum Abfiltrieren desselben ein vorher getrocknetes und gewogenes Filter (S. 255).

Man muß ein sehr gutes und dichtes Filtrierpapier wählen, da anderenfalls die Flüssigkeit leicht trübe durch das Filter geht.

Nachdem man dasselbe trocken in den Glastrichter eingedrückt hat, entnimmt man der klaren, über dem Niederschlage stehenden Flüssigkeit

[1]) Das oxalsaure Calcium fällt aus essigsaurer Lösung viel körniger, als aus ammoniakalischer Lösung, und ist aus diesem Grunde besser zu filtrieren.

mittels einer Pipette einige Cubikcentimeter zum Befeuchten des Filters und bringt alsdann in üblicher Weise die ganze Flüssigkeit zur Filtration, erst mit den letzten Anteilen den Niederschlag aufs Filter spülend. Das Filtrat stellt man für die Bestimmung der Magnesia zurück; das Filter selbst kommt auf ein anderes Gefäß, und nachdem man mit Spritzflasche und Federfahne auch noch die letzten, dem Becherkolben anhängenden Reste des Kalkniederschlages sorgfältig auf dem Filter gesammelt hat, wird mit heißem Wasser so lange ausgewaschen, bis ein Tropfen des Waschwassers auf einem Platinblech ohne glühbeständigen Rückstand verdampft. Die Waschwässer können ohne weiteres entfernt werden, das Filter mit Inhalt wird zuerst im Trichter, dann im Filtertrockenglase im Trockenschranke genau bei 100° C bis zur Gewichtsbeständigkeit getrocknet und gewogen.

Das Mehrgewicht gegen das des benutzten Filters ist ein oxalsaures Calcium von bestimmter und bei der angegebenen Temperatur unveränderlicher Zusammensetzung: $CaC_2O_4 + H_2O$. Durch Multiplikation des Betrages mit dem Faktor 0,3839 erhält man die ihm entsprechende Menge Calciumoxyd oder Kalk.

Ist die Menge des Niederschlages von oxalsaurem Calcium gering, so verfährt man im allgemeinen zwar in derselben Weise, sammelt aber den Niederschlag auf einem kleinen, ungewogenen Filter von bekanntem Aschengehalt, wäscht gut aus und glüht ihn samt dem Filter im Platintiegel. Bei anhaltendem und starkem Glühen, zuletzt über einer Gebläselampe, verliert der Niederschlag, welcher sich zunächst in Kohlensäuresalz umwandelt, auch die Kohlensäure vollständig und läßt reines Calciumoxyd zurück, welches als solches gewogen wird.

Das oben zurückgestellte, von den Waschwässern ferngehaltene Filtrat vom oxalsauren Calcium dient nun schließlich zur Bestimmung des Magnesiumoxydes (der Magnesia). Die Menge der Flüssigkeit betrug ursprünglich genau 250 ccm, welche aber nach vorstehender Behandlung nicht vollständig wieder gewonnen, sondern zum Teil in die Waschwässer mit übergegangen sind. Man nimmt deshalb die Fällung der Magnesia nur in einem bestimmten Anteil des Filtrats vor und berechnet das daraus erhaltene Ergebnis auf die ursprüngliche Gesamtmenge.

Man verwendet 200 ccm, mißt dieselben mittels der Pipette in ein größeres Becherglas ab, fügt 100 ccm Ammoniak hinzu und versetzt mit einer der entstehenden Trübung angemessenen Menge einer Lösung von phosphorsaurem Natrium. Bei reichlichem Vorhandensein von Magnesia tritt eine solche Trübung sofort, bei spärlichem Vorkommen erst sehr allmählich ein. Man mischt die Flüssigkeit vorsichtig mit einem Glasstabe, muß aber das Berühren der Glaswandungen tunlichst vermeiden, weil sich sonst an den berührten Stellen Anteile des Niederschlages kristallinisch und sehr festhaftend ansetzen.

Nach zwölfstündigem Stehen in bedecktem Glase hat sich bei Anwesenheit von Magnesia ein weißer, kristallinischer Niederschlag ausgeschieden, welcher abfiltriert und, da er in reinem Wasser etwas löslich, mit ammoniakhaltigem Wasser (1 Tl. Ammoniak und 3 Tle. Wasser) so lange ausgewaschen wird, bis eine kleine, im Reagenzrohre aufgefangene Probe des Filtrats nach Zusatz von Salpetersäure durch Silbernitratlösung nicht mehr getrübt wird.

Nach oberflächlichem Abtrocknen wird das Filter behutsam aus dem Trichter genommen, in den Platintiegel gebracht, geglüht — zuletzt einige Minuten über dem Gebläse — und gewogen. Der Glührückstand muß rein weiß erscheinen.

Da von den ursprünglich vorhanden gewesenen 250 ccm Flüssigkeit nur 200 ccm, also vier Fünftel desselben, zur Fällung gelangten, so ist der Wägungsbetrag des Niederschlages auf die ursprüngliche Gesamtmenge umzurechnen, also mit $^5/_4$ oder 1,25 zu multiplizieren.

Der durch die Fällung der ammoniakalischen Flüssigkeit mit phosphorsaurem Natrium erhaltene Niederschlag ist phosphorsaures Ammoniummagnesium; beim Glühen wandelt sich dasselbe durch Verlust von Ammoniak und Wasser in pyrophosphorsaures Magnesium um[1]), welches durch Multiplikation mit dem Faktor 0,3622 den Gehalt an Magnesiumoxyd oder Magnesia berechnen läßt.

E. Bestimmung der Schwefelsäure.

500 ccm Wasser — bei weichen Wässern entsprechend mehr, bei sehr gipshaltigen weniger — werden in einer nicht zu großen Porzellanschale unter Zusatz von 5 ccm reiner Salzsäure über freier Flamme, aber bei Vermeidung heftigen Kochens, allmählich auf ein Volum von etwa 150 ccm eingedampft, welche in einen Kochkolben oder ein Becherglas gespült und siedend so lange tropfenweise mit einer Lösung von Chlorbaryum versetzt werden, als noch ein Niederschlag erzeugt wird.

Zum Zwecke dieser Beobachtung entfernt man die Flamme, läßt den Niederschlag sich etwas absetzen und überzeugt sich, ob bei erneutem Zusatz des Fällungsmittels noch eine Trübung entsteht. Ein großer Überschuß von Chlorbaryumlösung ist zu vermeiden. Man hält einige Zeit in gelindem Sieden, da ein länger fortgesetztes Erhitzen der Flüssigkeit den entstandenen Niederschlag körniger macht. Nach mehrstündigem Stehen in der Wärme hat sich das bei Gegenwart von Schwefelsäure ausgefällte Baryumsulfat vollständig abgesetzt, man filtriert dann die über demselben stehende klare Flüssigkeit über ein Filter von bekanntem Aschengehalt ab, und zwar so, daß der weiße Niederschlag zunächst unaufgerührt bleibt. Da derselbe fast stets Salze

---

[1]) $2(MgNH_4PO_4) = 2NH_3 + H_2O + Mg_2P_2O_7$.

der Alkali- und Erdalkalimetalle, Eisenoxyd, bei Gegenwart von Salpetersäure im Wasser auch Nitrate mit sich niederreißt, so wird er zur Lösung dieser Stoffe mit etwas Salzsäure und destilliertem Wasser wiederholt erwärmt, dann erst auf das Filter gebracht, mit heißem Wasser ausgewaschen, bis eine Probe des Filtrats, im Reagenzrohr aufgefangen, nach Zusatz von Silbernitratlösung keine Trübung mehr zeigt und darauf im Platintiegel geglüht und gewogen.

Aus der Menge des so erhaltenen schwefelsauren Baryumsalzes ergibt sich durch Multiplikation mit dem Faktor 0,3430 die entsprechende Menge Schwefelsäure.

F. Bestimmung der Alkalien.

1000 ccm Wasser, bei geringem Gehalt an Alkalimetallen (worüber meist die Chlorreaktion Aufschluß gibt) entsprechend mehr, werden in einer Porzellanschale, anfänglich über freier, kleiner Flamme und unter Benutzung einer ausgeschnittenen Platte von Asbestpappe, zuletzt auf dem Wasserbade, bis auf etwa 80 bis 100 ccm eingedampft und mit Barytwasser (s. im Anhange) bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Man prüft in dieser Beziehung mittels hineingeworfener, kleiner Stückchen roten Lackmuspapiers, welche in der Flüssigkeit belassen werden können.

Es werden bei diesen Vorgängen der größte Teil der vorhandenen Calciumsalze, die Magnesiumsalze, Eisenoxyd und Tonerde, sowie Kieselsäure, Phosphorsäure und Schwefelsäure vollständig ausgeschieden; man erwärmt kurze Zeit zum besseren Absitzen des Niederschlages auf dem Wasserbade und bringt den Gesamtinhalt der Schale unter sorgfältigem Nachspülen in einen 250-ccm-Kolben, füllt nach dem Erkalten mit destilliertem Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Glas.

Vom Filtrat werden mittels Pipette 200 ccm in eine Porzellanschale abgemessen, bis fast zum Sieden erwärmt und so lange mit einer Lösung von kohlensaurem Ammon versetzt, als noch ein Niederschlag entsteht. Die großen, schweren Flocken desselben setzen sich nach kurzem weiteren Erhitzen leicht und vollständig zu Boden; sie bestehen neben geringen Mengen von kohlensaurem Calcium im wesentlichen aus kohlensaurem Baryum, aus dem überschüssig zugesetzten Barytwasser herrührend. Man läßt erkalten, bringt den Schaleninhalt verlustlos wiederum in einen 250-ccm-Kolben, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert, wie oben durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Gefäß. Dieses Filtrat enthält nunmehr nur noch die Alkalisalze nebst dem Überschuß der zugesetzten Ammonverbindung und vielleicht noch Spuren von Kalk- und Barytsalzen, die sich der Fällung entzogen hatten.

Man mißt mit der Pipette 200 ccm — welche nach den wiederholten Verdünnungen und Teilungen jetzt nur noch 640 ccm der ursprünglich verwendeten Menge Wassers (1000 ccm) entsprechen[1] — in ein Becherglas ab und verdampft dieselben auf dem Wasserbade in einer kleinen Porzellanschale, besser in einer Platinschale zur Trockene, nachdem man zuvor einige Tropfen einer Lösung von oxalsaurem Ammon hinzugefügt hatte, um die letzten Spuren von Kalk und Baryt als unlösliche oxalsaure Salze abzuscheiden. Der in der Schale verbleibende Rückstand wird im Trockenschrank eine Stunde lang bei 110 bis 120° C getrocknet, alsdann durch vorsichtiges Erhitzen über offener Flamme von den sich verflüchtigenden Ammonsalzen befreit. Der gewöhnlich etwas geschwärzte Glührückstand wird in wenig heißem Wasser aufgenommen, die Lösung durch ein möglichst kleines Filter in einen vorher ausgeglühten und gewogenen Porzellantiegel oder in eine kleine Platinschale filtriert, und samt dem Waschwasser auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft.

Vor dem Filtrieren bringt man in den Tiegel oder die Schale einige Tropfen Salzsäure, um die zum Teil an Kohlensäure gebundenen Alkalisalze des Filtrats in Chlorverbindungen überzuführen, trocknet nach dem völligen Eindampfen den Rückstand scharf aus, glüht gelinde bis zum beginnenden Schmelzen des Rückstandes, läßt im Exsikkator erkalten und wägt. Das erhaltene Mehrgewicht entspricht der Summe der vorhandenen Chloralkalien: Chlornatrium und Chlorkalium.

In den meisten natürlichen Wässern findet sich das Chlorkalium nur in äußerst geringer Menge. Da außerdem bei Wasseranalysen für technische Zwecke eine Trennung und gesonderte Bestimmung der Chloralkalien völlig überflüssig erscheint, so kann man fast immer, ohne einen wesentlichen Fehler zu begehen, die bei vorstehendem Verfahren sich ergebende Menge derselben als Chlornatrium ansehen.

Eine Bestätigung dieser Annahme ergibt sich aus der Bestimmung des Chlorgehaltes im Wasser und Berechnung desselben auf Chlornatrium.

G. Bestimmung des Chlors.

Man bestimmt das Chlor maßanalytisch vermittelst einer titrierten Lösung von salpetersaurem Silber, und zwar verwendet man eine

[1]
$$250 \text{ ccm} : 1000 \text{ ccm Wasser} = 200 \text{ ccm} : x,$$
$$x = 800 \text{ ccm Wasser},$$
$$250 \text{ ccm} : 800 \text{ ccm Wasser} = 200 \text{ ccm} : x,$$
$$x = 640 \text{ ccm Wasser}.$$

Durch ein solches Auffüllen von mit Niederschlägen getrübten Flüssigkeiten zu bestimmtem Volum und Entnahme nur eines Anteils des daraus dargestellten Filtrats vermeidet man, wie ersichtlich, das zeitraubende Auswaschen von Filter und Niederschlag und die lästige Vermehrung der in Arbeit befindlichen Flüssigkeit durch die dabei entfallenden Waschwässer.

Fig. 112.

zehntelnormale Silberlösung (s. im Anhang). 1 ccm derselben entspricht 0,00355 g Chlor oder 0,00585 g Chlornatrium.

Der Zusatz einer Lösung von neutralem, chromsaurem Kalium läßt die Beendigung der Fällung des Chlors genau erkennen.

300 ccm des zu prüfenden Wassers (bei stärkerem Chlorgehalt entsprechend weniger) werden in einem Becherglase oder einer Porzellanschale mit einigen Tropfen einer Lösung von neutralem (gelbem), chromsaurem Kalium versetzt, worauf man aus einer in $^1/_{10}$ ccm geteilten Bürette (Fig. 112) so lange zehntelnormale Silberlösung tropfenweise und unter Umrühren zufügt, bis der weiße (wegen der Farbe der Flüssigkeit gelblich erscheinende) Niederschlag plötzlich eine bleibende, rötliche Färbung annimmt, d. h. so lange, bis alles Chlor als weißes Chlorsilber ausgefällt ist, und nun erst, bei dem geringsten Überschuß an Silberlösung, dunkelrotes, chromsaures Silber entsteht[1]).

Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter, multipliziert mit einem der oben angegebenen Faktoren, ergibt den Gehalt an Chlor oder Chlornatrium in der verwendeten Menge Wasser.

H. Bestimmung der organischen Stoffe.

Da Filtrierpapier an Wasser stets gewisse Mengen organischer Stoffe abgibt und außerdem fast immer Ammoniak, bisweilen auch salpetrige und Salpetersäure enthält, die beim Filtrieren in das Wasser übergehen würden, so verwendet man bei den nachstehend unter Abschnitt H bis Abschnitt L beschriebenen Bestimmungen dieser Stoffe Wasser, welches nicht filtriert, sondern, wenn nötig, nur durch Absitzen geklärt ist.

Die Bestimmung der im Wasser gelösten organischen Stoffe wird nach Kubel-Tiemann durch Titrieren mit einer sehr verdünnten Lösung von übermangansaurem Kalium (Kaliumpermanganat) in Gegenwart von Schwefelsäure ausgeführt. Die tiefrote Lösung des Mangansalzes wird durch organische Stoffe unter Sauerstoffentziehung zersetzt und gleichzeitig entfärbt; sobald nach dem allmählichen Zusatz der Lösung und durch einen ganz geringen Überschuß derselben hervorgerufen, eine bleibende Rötung der ganzen Flüssigkeit eintritt, ist jene Zersetzung und damit auch die vollständige Oxydierung der organischen Stoffe vollendet. Die Menge des zugesetzten Mangansalzes ist dann das Maß für den stattgehabten Verbrauch von Sauerstoff und damit zugleich das Maß für die vorhanden gewesene Menge organischer Stoffe, welche diesen Sauerstoff dem Mangansalze entzogen.

---

[1]) Anfängliche Umsetzung:

$$NaCl + AgNO_3 = NaNO_3 + AgCl.$$

Schlußreaktion:

$$K_2CrO_4 + 2\,AgNO_3 = 2\,KNO_3 + Ag_2CrO_4.$$

Die Herstellung der zu der Methode nötigen Flüssigkeiten findet sich im Anhange. Man benutzt eine verdünnte Lösung von übermangansaurem Kalium, eine verdünnte Schwefelsäure (200 ccm destilliertes Wasser mit 100 ccm reiner Schwefelsäure gemischt) und zur Feststellung des Wirkungswertes der ersteren Flüssigkeit eine hundertstelnormale Oxalsäurelösung.

Die leichte Zersetzbarkeit der Permanganatlösung durch organische Stoffe bedingt die Anwendung einer besonderen Bürette, welche nur aus Glas besteht und keinerlei Gummiverbindungen besitzen darf. Die Fig. 113 zeigt eine derartige Bürette; beim vorsichtigen seitlichen Neigen derselben tritt die Flüssigkeit aus dem Ansatzrohre tropfenweise aus.

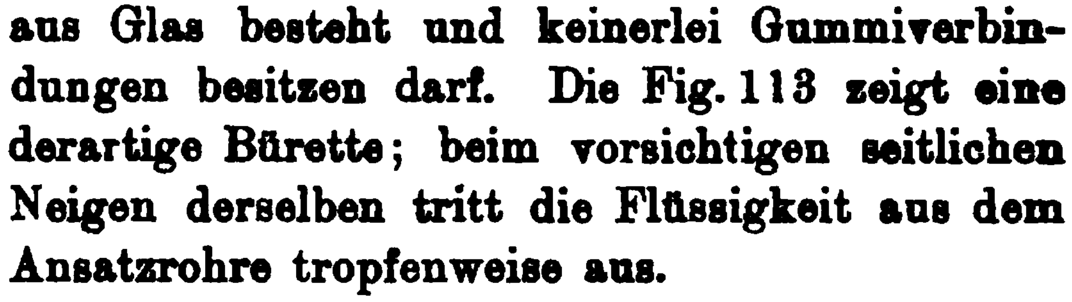


Fig. 113.

$\frac{1}{6}$

Auf Grund der Zersetzungsformeln [1]) berechnet sich, daß zur völligen Oxydation von 63,024 g kristallisierter Oxalsäure 8,00 g Sauerstoff erforderlich sind, welche durch eine Zersetzung von 31,606 g übermangansaurem Kalium verfügbar werden.

Demnach bedürfen 10 ccm der hundertstelnormalen Oxalsäurelösung, welche 0,0063024 g Oxalsäure enthalten: 0,00080 g Sauerstoff oder 0,0031606 g übermangansaures Kalium, um zersetzt, d. h. durch Abgabe von Sauerstoff seitens des Mangansalzes (zu Kohlensäure und Wasser) oxydiert zu werden.

Die Titerstellung der Permanganatlösung wird in folgender Weise ausgeführt: In einem 300 ccm fassenden Kolben werden 100 ccm destilliertes Wasser mit 5 ccm der oben erwähnten verdünnten Schwefelsäure versetzt, zum Sieden erhitzt, nach Zusatz von 4 bis 5 ccm der Permanganatlösung genau 10 Minuten lang gekocht und von der Flamme entfernt. Hierauf setzt man mittels einer Pipette 10 ccm der hundertstelnormalen Oxalsäurelösung zu und titriert die infolge dieses Zusatzes farblos gewordene Flüssigkeit mit der Permanganatlösung bis zur schwachen, bleibenden Rötung. Die verbrauchten Cubikcentimeter dieser Lösung entsprechen den zugesetzten 10 ccm = 0,0063 g Oxalsäure und enthalten demgemäß = 0,003160 g übermangansaures Kalium.

---

[1])
$$\underbrace{H_2C_2O_4 + 2H_2O}_{126,048} + \underbrace{O}_{16} = 2CO_2 + 3H_2O$$

$$\underbrace{2KMnO_4}_{316,06} + 3H_2SO_4 = K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + \underbrace{5O}_{80,0}.$$

Die in Wasser gelösten organischen Stoffe sind von sehr verschiedenartiger, wechselnder und veränderlicher Beschaffenheit; doch betrachtet man sie, bei der großen Schwierigkeit, irgend welche scharfe Unterscheidungen vornehmen zu können, mit Rücksicht auf ihre Oxydierbarkeit als gleichwertig und nimmt an, daß 1 Tl. des Mangansalzes 5 Tle. der gelösten organischen Substanz zu oxydieren vermöge.

In diesem Sinne zeigt also der Verbrauch von je 1 Tl. übermangansaurem Kalium das Vorhandensein von je 5 Tln. gelöster organischer Stoffe an und demnach entsprechen jenen 0,003160 g Mangansalz:

$$0{,}003160 \times 5 = 0{,}0158 \text{ Teile}$$

organischer Substanz.

Hätten z. B. 10 ccm jener Oxalsäurelösung = 9,8 ccm Permanganatlösung zur Oxydation erfordert, so enthalten diese 9,8 ccm = 0,003160 g übermangansaures Kalium und würden 0,0158 Tle. organische Stoffe im Wasser oxydieren, bzw. anzeigen.

Zur quantitativen Bestimmung der organischen Stoffe werden 100 ccm des zu prüfenden Wassers im Kolben zunächst 15 Minuten lang gekocht, um etwa vorhandenes Ammoniak zu entfernen; dann ersetzt man das verdunstete Wasser annähernd durch heißes, destilliertes Wasser, setzt 5 ccm der verdünnten Schwefelsäure hinzu und erhitzt abermals zum lebhaften Kochen. Man fügt sodann von der titrierten Permanganatlösung bis zur starken Rötung so lange tropfenweise hinzu, bis nach einem zehn Minuten andauernden, ferneren Kochen die Rötung nicht mehr verschwindet, läßt alsdann 10 ccm hundertstelnormale Oxalsäurelösung einfließen und titriert die farblos gewordene Flüssigkeit, wie oben angegeben, zu Ende, bis ihr eine ganz schwache Rötung verbleibt. Der Verbrauch an Permanganatlösung, nach Abzug des für die hinzugefügten 10 ccm Oxalsäurelösung nötigen Anteils, entspricht dann der Menge der in 100 ccm Wasser gelöst gewesenen organischen Stoffe[1]).

---

[1]) Man kann in sehr einfacher und zweckmäßiger Weise die Bestimmung der organischen Stoffe in Wasser und die Titerstellung der Permanganatlösung vereinigen.

Man verfährt zunächst mit 100 ccm des zu prüfenden Wassers genau wie vorstehend, fügt nach vollendeter Titration zu der noch heißen Flüssigkeit, welche nunmehr keine reduzierenden Eigenschaften mehr besitzen kann, abermals 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und 10 ccm Oxalsäurelösung und stellt durch erneute Titration den nunmehrigen Bedarf an übermangansaurem Kalium fest. Wie leicht ersichtlich, ist diese Art der Titerstellung nicht nur schneller ausführbar, sondern gibt auch, da das destillierte Wasser sehr häufig nicht in erforderlicher Reinheit zur Verfügung steht, richtigere Resultate. Allerdings darf das Wasser nur mäßige Mengen organischer Stoffe enthalten, da sonst die Flüssigkeit für die Titerstellung zu reich an Zersetzungsprodukten ist.

Beispiel. 100 ccm des nach vorstehender Methode behandelten Wassers wurden mit etwa 6 ccm Permanganatlösung zehn Minuten lang gekocht. Durch Zusatz von 10 ccm obiger Oxalsäurelösung vollständig entfärbt, waren bis zur schwachen Rötung im ganzen 13,7 ccm Permanganatlösung erforderlich. Zieht man hiervon die zur Zersetzung von 10 ccm Oxalsäurelösung erforderlichen Cubikcentimeter Permanganatlösung = 9,8 ccm ab, so bleiben als Rest die zur Oxydation der im Wasser enthaltenen organischen Stoffe verbrauchten Cubikcentimeter, mithin 13,7 — 9,8 = 3,9 ccm Mehrverbrauch. Nach dem Ansatz:

$$9{,}8 : 0{,}0158 = 3{,}9 : x,$$

ist $x = 0{,}00629$ g, die Menge der in 100 ccm des untersuchten Wassers **gelösten organischen Substanz**, oder 6,29 Tle. in 100000 Tle. Wasser.

Man multipliziert also den Mehrverbrauch an Cubikcentimetern Permanganatlösung mit 0,0158 und dividiert das Produkt durch die Anzahl Cubikcentimeter Permanganatlösung, welche zur Oxydation von 10 ccm hundertstelnormaler Oxalsäurelösung notwendig sind[1]).

Es zeigt sich bisweilen die unangenehme Erscheinung, daß die Flüssigkeit gegen Ende des Versuches heftig stößt. Man führt in solchen Fällen ein ruhigeres Kochen herbei, wenn man einige Körnchen ausgeglühten Bimssteins in den Kolben bringt.

---

[1]) Anstatt die „gelöste organische Substanz" als solche bei der Zusammenstellung der Untersuchungsergebnisse aufzuführen, beziffert man auch die „durch die organischen Stoffe veranlaßte Oxydierbarkeit" eines Wassers in der Weise, daß man angibt, wieviel übermangansaures Kalium, oder wieviel Sauerstoff bei Zusatz jenes Kaliumsalzes zur völligen Oxydation jener Stoffe erforderlich ist. Die Berechnung ändert sich dann nur in der Art, daß der Mehrverbrauch an Cubikcentimetern Permanganatlösung anstatt mit 0,0158, im ersten Falle mit 0,003160, im zweiten Falle mit 0,0008 multipliziert wird; alles übrige bleibt unverändert. Zur Oxydation der organischen Stoffe in 100 ccm des oben als Beispiel benutzten Wassers würden demnach erforderlich sein:

$$9{,}8 : 0{,}003160 = 3{,}9 : x,$$
$$x = 0{,}00126 \text{ g übermangansaures Kalium}$$
(entsprechend 1,26 g für 100000 Tle. Wasser),

oder:

$$9{,}8 : 0{,}0008 = 3{,}9 : x,$$
$$x = 0{,}00032 \text{ g Sauerstoff}$$
(entsprechend 0,32 g für 100000 Tle. Wasser).

Die Zahlen 6,29 („Gehalt an gelösten organischen Stoffen"), 1,26 („Bedarf an übermangansaurem Kalium") und 0,32 („Bedarf an Sauerstoff") sind also in diesem Falle gleichwertig.

Ist eine bereits vorhandene Zahl für den „Gehalt an organischer Substanz" auf die Oxydationsmittel umzurechnen, so erhält man den „Bedarf an übermangansaurem Kalium" einfach durch Multiplikation jener Zahl mit 0,2, den „Bedarf an Sauerstoff" durch Multiplikation derselben mit 0,0506 ($6{,}29 \times 0{,}2 = 1{,}26$ oder $6{,}29 \times 0{,}0506 = 0{,}32$).

Bei stark verunreinigten Wässern muß man unter Umständen statt 100 ccm nur die Hälfte oder noch weniger verwenden und fügt in solchem Falle destilliertes Wasser bis zu 100 ccm hinzu.

Das Vorhandensein erheblicher Mengen von salpetriger Säure, Eisen und Mangan im Wasser beeinträchtigt die Anwendbarkeit der Methode, da diese Stoffe ebenfalls leicht Sauerstoff aufnehmen und in höhere Oxydationsstufen (Salpetersäure und Eisenoxyd) sich umwandeln.

Bei dem verhältnismäßig seltenen Vorkommen derartiger Wässer und trotz der oben erwähnten Unkenntnis über die Zusammensetzung der gelösten organischen Stoffe gibt die Methode doch in den meisten Fällen wertvolle Aufschlüsse und Vergleichszahlen für die Beurteilung von Gebrauchswässern.

J. Bestimmung der salpetrigen Säure.

Verbindungen der salpetrigen Säure (Nitrite) sowie der weiter unten zu erwähnenden Salpetersäure (Nitrate) finden sich in verunreinigten Wässern, die erstere, leicht zersetzlich und höher sich oxydierend, meistens nur spärlich; die letztere als Endprodukt solcher Oxydationen und deshalb beständiger, häufig in reichlichen Mengen. Die beiden Säuren entstehen durch Oxydation der im Boden sich vorfindenden, oder in denselben eindringenden Zersetzungsprodukte faulender, organischer, stickstoffhaltiger Körper, und ihre leicht in Wasser löslichen Verbindungen gehen schnell und ungehindert in die Bodenfeuchtigkeit über.

Wässer, welche zum Trinken dienen sollen, dürfen solche stickstoffhaltigen Bestandteile gar nicht oder nur in äußerst geringer Menge enthalten; dagegen ist ein mäßiges Vorhandensein derselben für den Gebrauch in den Fabriken nicht von Bedeutung.

Es wird daher für den vorliegenden Zweck immer genügen, die Anwesenheit von salpetriger Säure nur qualitativ nachzuweisen, und von einer quantitativen Bestimmung abzusehen.

Man versetzt zu dem ersteren Zwecke 100 ccm des zu untersuchenden Wassers mit 1 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure und fügt ebensoviel eines dünnflüssigen Jodzink-Stärkekleisters hinzu; eine sofort eintretende blaue Färbung zeigt salpetrige Säure an, bei Anwesenheit sehr geringer Mengen entsteht eine schwach-violette Färbung. Tritt eine solche Farbenerscheinung erst allmählich oder nach einiger Zeit ein, so ist auf Abwesenheit von salpetriger Säure zu schließen.

Die salpetrige Säure setzt aus dem Jodzink Jod in Freiheit, durch welches die vorhandene Stärke die erwähnte Färbung erleidet.

Die Bereitung von Jodzink-Stärkekleister ist im Anhange angegeben.

K. Bestimmung der Salpetersäure.

Die qualitative Prüfung eines Wassers auf Vorhandensein von Salpetersäure führt man entweder mit Diphenylamin oder mit einer Indigolösung aus.

Wählt man das erstere, so löst man in einem kleinen Porzellanschälchen einige Körnchen Diphenylamin in etwa 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure auf und läßt aus einer Pipette einige Tropfen des zu prüfenden Wassers auf die Mitte der Schwefelsäure fallen. Eine sofort entstehende tiefblaue Färbung zeigt das Vorhandensein von Salpetersäure an.

Zur Prüfung mit Indigolösung gießt man in 25 ccm Wasser schnell und mit einem Male 50 ccm reine konzentrierte Schwefelsäure und fügt zu der sich von selbst sehr stark erwärmenden Flüssigkeit unter Umschwenken 10 bis 12 Tropfen einer verdünnten Indigolösung (s. Anhang). Dieselbe wird durch Salpetersäure unter diesen Verhältnissen sofort oxydiert und entfärbt; bleibt die Flüssigkeit also blau oder bläulichgrün, so ist damit die Abwesenheit von Salpetersäure dargetan, wird sie dagegen wieder farblos oder bei größerem Zusatz von Indigolösung gelb, so ist Salpetersäure vorhanden.

Bei gleichzeitiger Anwesenheit von salpetriger Säure ist die Prüfung unsicher, da dieselbe in gleicher Weise auf Indigolösung einwirkt.

Dieselbe Reaktion benutzt man nach den Angaben von Marx[1]) und Trommsdorf[2]), wenn das Vorhandensein einer größeren Menge Salpetersäure oder sonstige Umstände die quantitative Bestimmung derselben wünschenswert oder notwendig machen.

Der Verbrauch einer Indigolösung von bestimmtem Wirkungswert dient als Maß für die vorhandene Menge Salpetersäure.

Die nach der im Anhange gegebenen Vorschrift dargestellte Indigolösung wird zunächst mittels einer Lösung von reinem salpetersauren Kalium von bestimmtem Gehalt (10,0 ccm = 0,001 g Salpetersäureanhydrid) titriert.

Zur Titerstellung vermischt man in einem kleinen Kölbchen 10 ccm der Salpeterlösung mit 15 ccm destillierten Wassers, versetzt das Gemisch mit 50 ccm konzentrierter, reiner Schwefelsäure und läßt zu der siedend heißen Flüssigkeit unter Umschwenken aus einer Bürette so lange von der Indigolösung zufließen, bis dieselbe nicht mehr entfärbt wird, sondern schließlich bei einem kleinen Überschusse der ganzen Flüssigkeit eine grünlichblaue Färbung erteilt. Die verbrauchten Cubikcentimeter entsprechen 0,001 g Salpetersäure. Nach der ersten Bestimmung wiederholt man dieselbe ein zweites und drittes Mal, indem man die erforderliche Menge Indigolösung mit einem Male zufließen

---

[1]) Zeitschrift für analytische Chemie 7, 412.

[2]) Zeitschrift für analytische Chemie 8, 364 und 9, 168.

läßt. Man gebraucht hierbei gewöhnlich etwas mehr und nimmt diese Zahl als die richtige an, da die langsamere Ausführung des ersten Versuches eine Abkühlung der Flüssigkeit und damit einen kleinen Fehler einschließt. Die Beobachtung der entstehenden Färbung erleichtert eine unter den Kolben gelegte weiße Porzellanplatte oder auch ein Stück weißes Papier.

Man wählt die Konzentration der Indigolösung so, daß 6 bis 8 ccm derselben 0,001 g Salpetersäure entsprechen, und verdünnt demgemäß, falls sie eine stärkere war. Eine Hauptbedingung bei der Ausführung des Verfahrens ist ein schneller, ununterbrochener Zusatz der konzentrierten Schwefelsäure, und die dadurch hervorgerufene, etwa 100° C betragende Temperatur des zu titrierenden Gemisches.

Bei der Bestimmung der Salpetersäure in einem natürlichen Wasser versetzt man 25 ccm desselben mit 50 ccm konzentrierter Schwefelsäure, und titriert die heiße Flüssigkeit mit der Indigolösung genau wie bei der Titerstellung.

Gebraucht ein Wasser zu 25 ccm mehr als 30 ccm Indigolösung, so nimmt man 5 oder 10 ccm Wasser und verdünnt mit 20 bzw. 15 ccm destilliertem Wasser. Aus der Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Indigolösung berechnet man den Gehalt an Salpetersäure.

Beispiel. Die Indigolösung sei so gestellt, daß 6,5 ccm derselben 0,001 g Salpetersäure entsprechen; gesetzt, man habe bei 25 ccm Wasser 18,4 ccm Indigolösung verbraucht, so würden diese nach dem Ansatze:

$$6{,}5 : 0{,}001 = 18{,}4 : x,$$
$$x = 0{,}00283 \text{ g Salpetersäureanhydrid}$$

in 25 ccm Wasser berechnen lassen.

Die blaugrüne Färbung, welche das Ende der Reaktion anzeigt, rührt, wie erwähnt, von einer kleinen, im Überschuß zugefügten und deshalb nicht mehr entfärbten Menge Indigolösung her. Die zuerst entstandenen Zersetzungsprodukte selbst aber erteilen, je nach der vorhandenen Menge, der Flüssigkeit eine gelbe bis bräunliche Farbe, so daß bei reichlich stattgehabtem Zusatz von Indigolösung schließlich eine unbestimmte, braungrüne Mischfarbe entsteht, welche das Erkennen der Endreaktion etwas verdeckt und erschwert. In solchen Fällen muß die Bestimmung mehrfach wiederholt, die Färbung der einzelnen Flüssigkeiten miteinander verglichen und schließlich aus den erhaltenen Zahlenwerten das Mittel gezogen werden.

Ein anderes, sehr brauchbares, allerdings viel mehr Zeit und Arbeit erforderndes Verfahren zur Bestimmung der Salpetersäure ist von Ulsch ausgearbeitet. Es beruht darauf, daß die Salpetersäure durch in der Flüssigkeit selbst entwickeltes Wasserstoffgas zu Ammoniak reduziert und dieses sodann durch Destillation mit Magnesia oder Alkalilauge

ausgetrieben und in Schwefelsäure von bestimmtem Gehalt aufgefangen wird, worauf man durch Ermittlung der noch freien Schwefelsäure die Menge des aufgenommenen Ammoniaks findet.

Man dampft zu diesem Zwecke 1 Liter Wasser, oder mehr, unter Zusatz von ganz wenig Kalilauge (um etwa vorhandenes Ammoniak auszutreiben) bis auf etwa 50 ccm ein, spült diese in einen Destillationskolben, macht mit verdünnter Schwefelsäure[1]) schwach sauer, fügt 5 g Eisenpulver („Ferrum hydrogenio reductum") hinzu und erwärmt vorsichtig. Unter lebhafter Wasserstoffentwicklung vollzieht sich die Überführung der Salpetersäure in Ammoniak in wenigen Minuten.

Die Ausführung der dann folgenden Destillation und die Berechnung erfolgt genau nach den im Abschnitt XIII „Künstliche Düngemittel", unter I C, Bestimmung des Stickstoffs in Ammoniaksalzen, gegebenen Vorschriften.

Der schließlich gefundene Betrag für Stickstoff, mit dem Faktor 3,8551 multipliziert, ergibt die in der verwendeten Menge Wasser vorhanden gewesenen Teile Salpetersäureanhydrid.

L. Bestimmung des Ammoniaks.

Die qualitative Prüfung auf Ammoniak geschieht mit dem sog. Neßlerschen Reagens, einer alkalischen Lösung von Quecksilberkaliumjodid (HgJ_2, 2KJ).

In einem kleinen Zylinder mißt man von dem zu prüfenden Wasser etwa 100 ccm ab, fügt ungefähr 1 ccm reiner Natronlauge und doppelt soviel einer Lösung von kohlensaurem Natron hinzu, mischt mit einem Glasstabe und läßt den sich bildenden Niederschlag (von kohlensaurem Kalk, kohlensaurer Magnesia und etwa vorhandenen Eisenverbindungen) sich absetzen; von der klar über dem Bodensatz stehenden Flüssigkeit hebt man mittels einer Pipette vorsichtig 10 bis 20 ccm ab und versetzt dieselben in einem Reagenzrohr mit etwa 1 ccm der Quecksilberkaliumjodidlösung. Eine gelbliche bis gelbrote Färbung oder ein gleichfarbiger Niederschlag von Ammoniumquecksilberoxyjodid zeigt das Vorhandensein einer größeren oder geringeren Menge von Ammoniak an[2]).

Das Filtrieren der über dem Bodensatz stehenden Flüssigkeit ist nicht ratsam, da Filtrierpapier, wie S. 307 schon angeführt, fast stets ammoniakhaltig ist, auch muß man wegen der Empfindlichkeit der Reaktion die Nähe von Flüssigkeiten, die Ammoniak abdunsten, vermeiden.

Dieselbe Reaktion dient auch nach der Methode von Fleck[3]) zur quantitativen Bestimmung des Ammoniaks für den Fall, daß der qualitative Nachweis desselben nicht genügt.

---

[1]) 1 Tl. konzentrierte Schwefelsäure und 8 Tle. Wasser.

[2]) $NH_3 + 2(HgJ_2, 2KJ) + 3KOH = 7KJ + 2H_2O + HgNH_2J, HgO$.

[3]) Journ. f. prakt. Chemie, N. F., 5, 263.

a) Volumetrische Bestimmung.

200 ccm Wasser — bei geringem Ammoniakgehalt entsprechend mehr — werden in einem mit Glasstopfen versehenen Zylinder mit Neßlerschem Reagens, 2 ccm auf je 100 ccm Wasser, versetzt und gut durch Schütteln gemischt. Der entstandene gelbe bis rotbraune Niederschlag, welcher alles vorhandene Ammoniak enthält, sinkt in großen Flocken zu Boden. Das Absitzen desselben wird sehr befördert, wenn durch das Reagens gleichzeitig ein Calcium- oder Magnesiumsalz ausfällt. Sind solche nicht schon von Natur im Wasser vorhanden, so erreicht man dieses durch einen Zusatz einer geringen Menge (0,5 ccm) kalt gesättigter Magnesiumsulfatlösung, welche man dem Wasser vor der Fällung zumischt. Sobald nach längerem Stehen sich die Flüssigkeit völlig geklärt hat, gießt man sie zunächst, indem man beachtet, daß die umgebende Luft frei von Ammoniak sein muß, vorsichtig so weit wie möglich von dem Niederschlage ab, bringt den letzteren dann vollständig auf ein Filter und wäscht ihn mit kaltem, ammonfreiem Wasser aus, bis die alkalische Reaktion verschwunden. Das Filter übergießt man darauf wiederholt mit einer Lösung von unterschwefligsaurem Natrium (1 Tl. Salz in 8 Tln. Wasser), in welcher die Quecksilberverbindung sich löst, während das mitgefällte Magnesiumhydrat und die durch das stark alkalische Fällungsmittel ausgeschiedenen Kohlensäuresalze des Wassers auf dem Filter zurückbleiben. Man fängt die Lösung in einem kleinen Becherglase auf, wäscht mit destilliertem Wasser gut aus und bestimmt im Gesamtfiltrate das Quecksilber durch Titration mit Schwefelkaliumlösung [Schwefelleberlösung][1]).

Man läßt von derselben aus einer Bürette tropfenweise einfließen, solange noch ein schwarzer, flockiger Niederschlag von Schwefelquecksilber entsteht, und prüft in kurzen Zwischenräumen die Flüssigkeit mit Bleipapier, indem man mittels des zum Umrühren benutzten dünnen Glasstabes einen kleinen Tropfen auf das Papier setzt. Sobald alles Quecksilber als Schwefelverbindung ausgefällt ist und der geringste Überschuß der Schwefelleberlösung unzersetzt in der Flüssigkeit bleibt, entsteht sofort durch Bildung von Schwefelblei ein schwarzbrauner Fleck auf dem Bleipapier und zeigt somit den Endpunkt der Reaktion an.

Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Schwefelleberlösung ergibt die Menge Quecksilber und damit die Menge des ursprünglich ausgefällten Ammoniumquecksilberoxyjodids. 1 Tl. Quecksilber entspricht = 0,0426 Tln. Ammoniak.

Ist ein Wasser derartig verunreinigt, daß es, wie nicht selten bei Fabrikabwässern, neben Ammoniak auch Schwefelwasserstoffgas auf-

[1]) Bereitung und Titerstellung derselben siehe im Anhange.

gelöst enthält, so fällt auf Zusatz von Neßlerschem Reagens ein durch Schwefelquecksilber schwärzlich gefärbter Niederschlag aus. In solchem Falle muß das Schwefelwasserstoffgas zunächst entfernt werden. Man mißt in einem Maßkolben 200 ccm Wasser ab, fügt zur Bindung des Ammoniaks einige Tropfen Salzsäure hinzu und verdampft in einer Porzellanschale bis auf einen kleinen Rest. Das Schwefelwasserstoffgas wird dabei verflüchtigt; nach dem Erkalten und nach Abstumpfung der Säure mittels einiger Tropfen Natronlauge bringt man die Flüssigkeit dann mit destilliertem Wasser wieder auf das ursprüngliche Volum und kann nunmehr die Ausfällung des Ammoniaks nach obiger Vorschrift vornehmen.

b) Kolorimetrische Bestimmung.

Anstatt den mit Neßlerschem Reagens erzeugten Niederschlag abzufiltrieren und wie vorstehend weiter zu behandeln, kann man auch die in ammoniakhaltigen Wässern durch jenes Reagens hervorgerufene Färbung zu einer quantitativen Ammoniakbestimmung benutzen, indem man sie mit denjenigen Färbungen vergleicht, welche unter genau denselben Umständen in Ammoniaklösungen von bestimmtem Gehalt beobachtet werden.

Wegen der Schwierigkeit, die Farbentiefe stark rot gefärbter Flüssigkeiten genau abschätzen und unterscheiden zu können, ist man genötigt, gewisse enge Grenzen im Ammoniakgehalt einzuhalten, und muß dementsprechend ammoniakreiche Wässer so weit verdünnen, daß die demnächst erzeugte Färbung nicht über „gelb“ oder „schwach rotgelb“ hinausgeht.

Man schlägt zunächst, wie bei der qualitativen Prüfung, die vorhandenen Calcium- und Magnesiumsalze des Wassers nieder, mischt zu diesem Zwecke 300 ccm des zu untersuchenden Wassers in einem hohen Zylinder oder Becherglase mit 1 ccm Natronlauge und 2 ccm Natriumkarbonatlösung und läßt den entstandenen Niederschlag sich völlig ablagern, was man durch gelindes Rütteln des Gefäßes beschleunigen und vervollständigen kann.

Zur weiteren Ausführung bedarf man einer Anzahl ganz gleichartiger Probezylinder von farblosem Glase, welche so eng zu wählen sind, daß 100 ccm Wasser in ihnen eine Schicht von 18 bis 20 cm Höhe bilden, und einer Chlorammoniumlösung, von welcher 1,0 ccm 0,05 Milligramm (0,00005 g) Ammoniak enthält[1]).

Von den Probezylindern füllt man vier mit je 100 ccm destilliertem (ammonfreiem) Wasser unter Zusatz von je 0,5, 1,0, 1,5 und 2,0 ccm jener Chlorammoniumlösung und fügt unter gutem Durchmischen (mittels Glasstabes) zu dem Inhalt jedes Zylinders 1,0 ccm Neßlersches Reagens. Die entstandenen Färbungen dienen demnächst zum Vergleich und ver-

---

[1]) Die Herstellung dieser Lösung findet sich im Anhange.

ändern sich, wenn man die Zylinder gut bedeckt hält, auch bei stundenlangem Aufbewahren nicht wesentlich.

Von dem zu untersuchenden, ganz klar abgehobenen Wasser bringt man mittels einer Pipette 100 ccm in einen Probezylinder und mischt mit 1,0 ccm Neßlerscher Flüssigkeit. Ist die entstehende Färbung tiefer, als sie die Vergleichsflüssigkeiten zeigen, so verwirft man den Versuch und wiederholt ihn — je nach der Tiefe der stattgehabten Färbung — mit 50 oder 25 oder 10 ccm des abgeklärten Wassers, indem man die abpipettierte Menge mit destilliertem Wasser auf 100 ccm Volum ergänzt.

Man erhält auf solche Weise eine Färbung des Wassers, welche innerhalb derjenigen der vier Vergleichsflüssigkeiten liegt, und stellt nun durch wiederholte Versuche mit stets neuen Mengen destillierten Wassers genau fest, wieviel von der (in einer Quetschhahnbürette befindlichen) Chlorammoniumlösung notwendig ist, um in 100 ccm destilliertem Wasser auf Zusatz von 1,0 ccm Neßlerscher Lösung genau denselben Farbenton zu erzeugen, wie ihn unter gleichen Verhältnissen das geprüfte ammoniakhaltige Wasser ergeben hat. Gleiche Färbungen bedeuten gleichen Gehalt an Ammoniak.

Man beobachtet, indem man die gefüllten Zylinder nebeneinander auf ein weißes Papier stellt und die gefärbten Flüssigkeiten von oben betrachtet. Selbstverständlich müssen dieselben gleiche Höhe und annähernd auch gleiche Temperatur besitzen.

Die Chlorammoniumlösung ist immer vor dem Neßlerschen Reagens dem destillierten Wasser zuzusetzen, ein nachträgliches Hinzufügen ist nicht statthaft, da sonst Trübungen entstehen.

Beispiel: 100 ccm des zu prüfenden, von den Kalksalzen befreiten Wassers gaben mit 1,0 ccm Neßlerscher Lösung eine so tief rotgelbe Färbung, daß eine Verdünnung von 10,0 ccm auf 100 ccm Volum stattfinden mußte. Die nun hervorgerufene Färbung dieses Gemisches stand zwischen Nr. 1 und 2 der vier Vergleichsflüssigkeiten (mit 0,5 bzw. 1,0 ccm Chlorammoniumlösung). Nach mehrfach wiederholten Versuchen glich sie endlich genau dem Farbenton, wie er unter gleichen Bedingungen in 100 ccm destilliertem Wasser erhalten wurde, dem 0,95 ccm Chlorammoniumlösung zugesetzt worden waren (1,0 ccm = 0,05 mg oder 0,00005 g Ammoniak).

$$1{,}0 \text{ ccm} : 0{,}00005 \text{ g} = 0{,}95 : x,$$

$$x = 0{,}0000475 \text{ g Ammoniak in } 10{,}0 \text{ ccm Wasser},$$

mithin in 100 000 Teilen = 0,48 Teile Ammoniak.

M. Bestimmung der Härte.

Zur Beurteilung der Brauchbarkeit eines Wassers zu manchen Verwendungen genügt häufig die Bestimmung der sog. Härte desselben. Es wird die Eigenschaft der Härte, wie schon S. 294 bemerkt, durch

die Anwesenheit von Calcium- und Magnesiumsalzen (des Chlors, der Kohlensäure und der Schwefelsäure) bedingt. Man drückt den größeren oder geringeren Gehalt eines Wassers an diesen Stoffen in Graden, sog. Härtegraden, aus, und zwar unterscheidet man „deutsche“ und „französische“ Härtegrade. Ein deutscher Härtegrad bedeutet 1 Tl. Kalk (Calciumoxyd), ein französischer Härtegrad 1 Tl. kohlensaures Calcium in 100 000 Tln. Wasser. Ein Wasser z. B. von 14° Härte (deutscher Grade) enthält demnach 14 Tle. Calciumoxyd; von 14,0° Härte (französischer Grade) 14 Tle. Calciumkarbonat in 100 000 Tln. Wasser.

Für vorhandene Magnesiumverbindungen kommt eine gleichwertige Menge Calciumoxyd in Rechnung.

Man unterscheidet Gesamthärte, bleibende oder permanente Härte oder temporäre Härte. Erstere nennt man die Härte, welche ungekochtes Wasser zeigt. Beim Erhitzen des Wassers scheidet sich die größte Menge der kohlensauren Salze aus, indem dieselben, als doppeltkohlensaure Salze in Wasser löslich, durch das Kochen die Hälfte ihrer Kohlensäure verlieren und als in Wasser unlösliche einfachkohlensaure Salze niederfallen.

Ersetzt man das verdampfte Wasser bis zu dem ursprünglichen Volumen durch destilliertes Wasser, und bestimmt die Härte abermals, so findet man die bleibende Härte. Als temporäre Härte berechnet sich der Unterschied zwischen der bleibenden und der Gesamthärte, sie läßt annähernd auf die Menge der vorhandenen kohlensauren Salze schließen, während die bleibende Härte ungefähr den schwefelsauren Salzen und Chlorverbindungen entspricht.

Die Bestimmung der Härte wird nach Vorgang von Clark mittels einer titrierten, alkoholischen Lösung von Kaliseife ausgeführt.

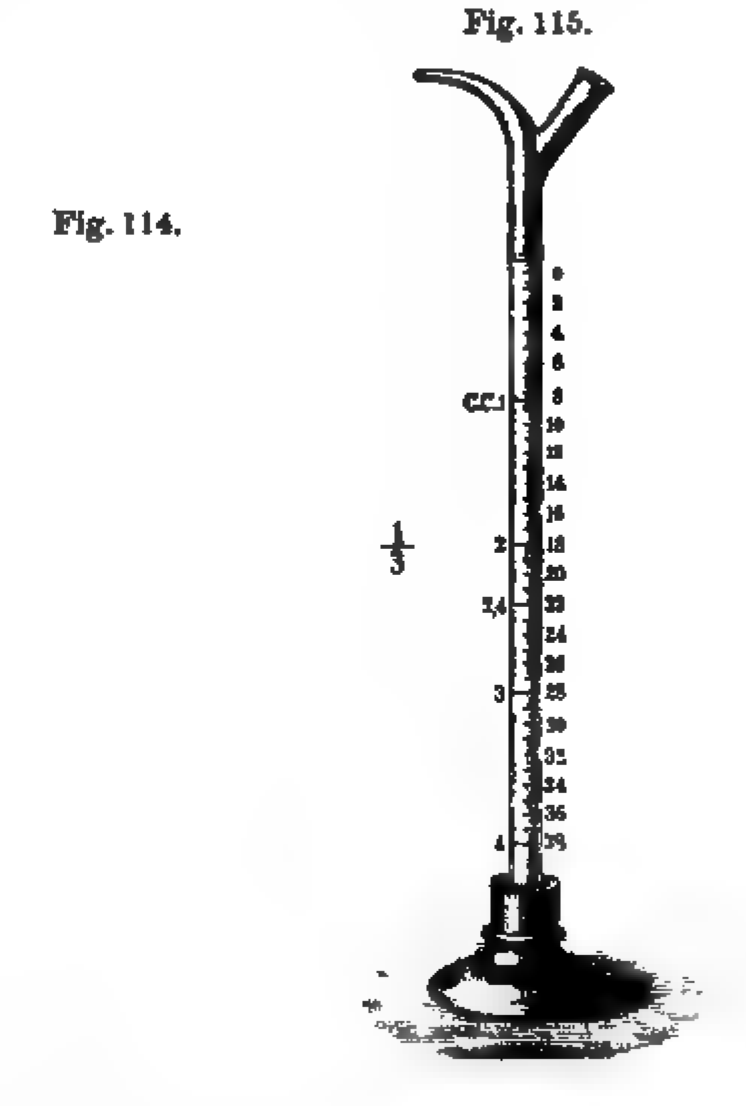
Der Umstand, daß die im Wasser enthaltenen, oben genannten Salze sich mit dem fettsauren Kalium der Seifenlösung zersetzen, bildet die Grundlage des Verfahrens. Sobald die völlige Zersetzung jener Salze erfolgt und ein kleiner Überschuß unzersetzter Seife vorhanden ist, entsteht beim Schütteln der Flüssigkeit ein bleibender, dichter Seifenschaum, welcher die beendigte Reaktion anzeigt. Der Verbrauch an Seifenlösung ist dann das Maß für die Menge der genannten Salze. Die Flüssigkeit trübt sich bei der Zersetzung, indem unlösliches fettsaures Calcium und fettsaures Magnesium sich ausscheiden, während das Kalium mit Kohlensäure, Schwefelsäure oder Chlor sich zu löslichen Verbindungen vereinigt.

Die ältere Methode von Clark, welche unter Benutzung einer besonderen Tabelle „deutsche Härtegrade“ ermitteln ließ, ist seit Jahren durch die Methode von Boutron und Boudet ersetzt worden, da die Ausführung derselben viel einfacher ist und eine Tabelle überflüssig macht. Sie gibt „französische Grade“ an.

Wir geben im nachstehenden nur die Beschreibung der letzteren Methode; wo „deutsche Härtegrade" gefordert werden, findet man sie durch Multiplikation der „französischen Grade" mit dem Faktor 0,56.

Man bedarf dazu einer alkoholischen Seifenlösung und zur Titerstellung derselben einer Chlorbaryumlösung von bestimmtem Gehalt[1]).

Zur Ausführung dient eine „Schüttelflasche" von nachstehender Form, Fig. 114, welche je eine Marke für 10, 20, 30 und 40 ccm trägt, sowie eine enge, etwa 6 ccm im ganzen fassende Tropfbürette, Fig. 115, mit einer dem Verfahren eigentümlichen Einteilung. Den Raum nämlich, welchen 2,4 ccm in derselben einnehmen, hat man von oben in 23 gleiche Teile geteilt und diese Teilung bis auf 30 oder 40 nach unten fortgesetzt. Jeder Teilstrich ist ein französischer Härtegrad und bedeutet, wie schon oben angeführt, 1 Tl. kohlensaures Calcium oder eine gleichwertige Menge kohlensaures Magnesium in 100 000 Tln. Wasser.


Fig. 114. Fig. 115.

Die Seifenlösung ist derartig gestellt, daß genau 23 Grade aus dieser Tropfbürette erforderlich sind, um 0,0088 g kohlensaures Calcium (bzw. die äquivalente Menge der anderen die Härte des Wassers bedingenden Salze) in 40 ccm wässeriger Lösung zu zersetzen und noch so viel Überschuß an unzersetzter Seifenlösung zu lassen, daß beim Schütteln der Flüssigkeit die oben erwähnte dichte Decke von Seifenschaum hervorgerufen wird. Dieser Überschuß beträgt in der stets anzuwendenden Menge von 40 ccm Flüssigkeit genau 1° Seifenlösung, welcher Betrag somit, da er nur als Indikator, nur zum Hervorrufen des Schaumes dient und an der Zersetzung nicht teilnimmt, von den oben gedachten 23 Graden in Abzug gebracht werden muß, so daß in

[1]) Siehe deren Bereitung im Anhange.

Wirklichkeit für je 0,0088 g kohlensaures Calcium nur 22 Grade Seifenlösung in Betracht kommen.

Dieser Abzug ist bei der Einteilung der Bürette insofern gleich berücksichtigt, als man den Nullpunkt der Skala um 1° abwärts verzeichnet hat und somit bei Benutzung der Bürette stets einen Grad weniger abliest, als man tatsächlich gebrauchte. Man hat also eine Berichtigung niemals vorzunehmen, doch ist selbstverständlich die Bürette beim Gebrauch stets bis zum obersten Strich der Teilung zu füllen.

Wenn 40 ccm Flüssigkeit 0,0088 g oder 8,8 mg Calciumkarbonat enthalten, so entfallen auf 100 ccm Flüssigkeit ($40 : 0{,}0088 = 100 : x$): 0,022 g oder 22 mg Calciumkarbonat, welche von 22 Grad Seifenlösung zersetzt werden. 1 Grad Seifenlösung zersetzt also oder zeigt an: 1 mg Calciumkarbonat (0,001 g) in 100 ccm oder 1,0 g in 100000 g Wasser.

Die Titerstellung der nach der Vorschrift des Anhangs bereiteten Seifenlösung geschieht in folgender Weise. Von der obengedachten Chlorbaryumlösung bringt man genau 40 ccm — also bis zur obersten Marke — in die Schüttelflasche, füllt die Tropfbürette bis zum obersten Strich mit Seifenlösung und läßt allmählich durch seitliches Neigen der Bürette und vorsichtiges Lüften des den oberen Ansatz schließenden Zeigefingers so viel Seifenlösung zufließen, indem man nach jedem Zusatz den Inhalt der Schüttelflasche nach Aufsetzen des Stopfens heftig von oben nach unten schüttelt, bis endlich nach dem letzten, tropfenweisen Zusatz ein dichter, ganz feinblasiger Schaum entsteht, welcher nach Verlauf von fünf Minuten nicht verschwunden sein darf. Je nach der bei dieser Vorprüfung verbrauchten Menge Seifenlösung verdünnt man dieselbe mit Alkohol von 56 Volumprozenten so weit, bis genau 22 Grad erforderlich sind, um in 40 ccm der Chlorbaryumlösung die erwähnte Schaumbildung hervorzurufen.

Die Ermittelung der Gesamthärte eines Wassers ist der Titerstellung ganz ähnlich. Man mißt in das Schüttelglas 40 ccm Wasser ab, und fügt vorsichtig so lange Seifenlösung hinzu, indem man nach jedem Zusatz kräftig schüttelt, bis der charakteristische Schaum entsteht. Ist die Härte eines Wassers größer als 30°, wie bei den meisten Brunnenwässern, würde man also mit dieser Menge Seifenlösung eine Schaumbildung nicht erreichen, so wendet man, je nachdem, nur 10, 20 oder 30 ccm Wasser an und fügt reines destilliertes Wasser hinzu, bis die Gesamtmenge auch dann 40 ccm beträgt. In solchem Falle muß das demnächst erhaltene Resultat natürlich der stattgehabten Verdünnung entsprechend vergrößert werden.

Zur Bestimmung der bleibenden Härte kocht man 250 oder 500 ccm des zu prüfenden Wassers in einem passenden Kolben mindestens eine halbe Stunde lang unter annäherndem Ersatz des ver-

dampfenden Wassers, um die kohlensauren Salze tunlichst abzuscheiden. Nach dem Erkalten gießt man dasselbe ohne Verlust in einen 250-, bzw. 500-ccm-Kolben zurück, füllt bis zur Marke auf, mischt, filtriert durch ein trockenes Filter und bestimmt in 40 ccm des Filtrats die Härte, wie oben angegeben.

Beispiele. I. a) 40 ccm eines Wassers gebrauchten bis zur Schaumbildung 25,0 Grade (Teilstriche der Bürette) Seifenlösung, die Gesamthärte betrug demnach 25,0 französische oder (25 × 0,56) 14,0 deutsche Härtegrade.

b) Durch Kochen des Wassers wurde keine Trübung erzeugt, die bleibende Härte war dieselbe; die Härte des Wassers wurde also ausschließlich durch einen Gehalt an schwefelsauren und Chlorverbindungen bedingt.

II. a) 10 ccm Wasser, zu 40 ccm verdünnt, gebrauchten 27,5 Grade Seifenlösung.

Die Gesamthärte betrug also 27,5 × 4 = 110,0 französische oder (110,0 × 0,56) 61,6 deutsche Härtegrade.

b) 20 ccm des gekochten Wassers, zu 40 ccm verdünnt, gebrauchten 33,8 Grade Seifenlösung, mithin betrug die bleibende Härte 33,8 × 2 = 67,6 französische oder 37,9 deutsche Härtegrade und die temporäre Härte 110,0 — 67,6 = 42,4 französische oder (61,6 — 37,9) 23,7 deutsche Härtegrade.

Hat man durch die gewichtsanalytische Bestimmung bereits die in einem Wasser vorhandenen Mengen Calcium- und Magnesiumoxyd gefunden, so kann man hieraus die Härtegrade berechnen, indem man den Betrag der in 100 000 Tln. enthaltenen Menge Magnesiumoxyd durch Multiplikation mit 1,391 auf eine äquivalente Menge Calciumoxyd (Kalk) umrechnet und diese Zahl dem Gehalte an Kalk zuzählt.

Beispiel. In 100 000 Tln. Wasser waren 8,05 Tle. Kalk und 0,45 Tle. Magnesia gefunden. Diese 0,45 mit 1,391 multipliziert = 0,62, dem gefundenen Kalkgehalte zuaddiert, geben 0,62 + 8,05 = 8,67 Tle. Kalk, mithin 8,7 deutsche oder $\frac{8,7}{0,56}$ = 15,5 französische Härtegrade.

Berechnung und Zusammenstellung der Wasseranalyse.

Bei der Berechnung und Zusammenstellung der durch die Analyse ermittelten Zahlenwerte für die im Wasser enthaltenen Stoffe pflegt man dieselben auf 100 000 Tle. Wasser zu beziehen.

Der Gesamtgehalt an mineralischen Stoffen ergibt sich aus dem Unterschied zwischen Abdampfrückstand und Glühverlust.

Das gefundene Chlor berechnet man (unter Berücksichtigung des bei der Bestimmung der Alkalien hierüber Gesagten) auf Chlornatrium.

In den meisten Fällen wird die so erhaltene Zahl mit derjenigen übereinstimmen, welche sich für Chloralkalien bei der direkten Bestimmung derselben ergeben hatte. Sind dagegen mehr Chloralkalien — Chlornatrium — direkt gefunden, als der Chlorbestimmung entspricht, so betrachtet man den Überschuß von Natrium als an Schwefelsäure gebunden gewesen. Ist das vorhandene Chlor nebst der Schwefelsäure nicht zur völligen Bindung des gefundenen Natriums ausreichend, so wird dessen schließlich bleibender Rest und, fehlen jene beiden Stoffe gänzlich, die Gesamtmenge des Natriums als kohlensaures Natrium in Rechnung gestellt.

Was von der gefundenen Schwefelsäure nicht durch Natrium beansprucht wird, berechnet man zu schwefelsaurem Calcium (Gips), den Rest des Kalks und die Magnesia rechnet man auf Kohlensäuresalze um. Die direkte Kohlensäurebestimmung dient zur Kontrolle, wie schon bei der Analyse der Zuckerasche (S. 273) angegeben worden ist.

Kieselsäure, Tonerde und Eisenoxyd werden als solche aufgeführt; ebenso etwa vorhandene Stickstoffverbindungen (Salpetersäure, salpetrige Säure und Ammoniak), und die gelösten organischen Stoffe, oder an deren Stelle die zur Oxydierung derselben erforderliche Menge von Sauerstoff oder von übermangansaurem Kalium; zuletzt kann man, wenn erforderlich, die Härtegrade anführen.

Schließlich fügt man den Ergebnissen der Analyse den äußerlichen Befund des Wassers hinzu; man beurteilt den Geschmack, den Geruch, die Farbe, die Klarheit, etwaige Trübungen und Verunreinigungen und gibt, wenn nötig, auch die Menge der letzteren, auf 100000 Tle. Wasser bezogen, an. Erst bei Berücksichtigung aller dieser Umstände ist aus den Angaben der chemischen Untersuchungen ein bestimmtes Urteil über die Verwendbarkeit eines Wassers möglich.

Beispiel. **1000** ccm eines filtrierten Wassers sind eingedampft. Der völlig trockene Rückstand wog:

Platinschale + Rückstand	66,0770 g,
Platinschale	65,3840 g,
fester Gesamtrückstand . . .	**0,6930** g.

Nach dem Glühen desselben und wiederholter Behandlung mit kohlensäurehaltigem Wasser wogen:

Platinschale + Glührückstand . .	65,9810 g,
Platinschale	65,3840 g,
mithin mineralische Stoffe . .	**0,5970** g

und

0,6930 g
— 0,5970 g
= **0,0960** g Glühverlust.

In dem Glührückstande wurden bei dem angegebenen Gange der Analyse gefunden:

0,2180 g Kohlensäure und (je nach Abzug der Filteraschen):
0,0010 g Kieselsäure, sowie
0,0019 g Eisenoxyd und Tonerde.

Das gefällte oxalsaure Calcium wurde auf einem gewogenen Filter gesammelt. Das Mehrgewicht desselben betrug nach dem vollständigen Trocknen bei 100° C = 0,8022 g, woraus sich durch Multiplikation mit dem Faktor 0,3839 g berechnen:

= 0,3079 g Calciumoxyd.

Bei der Bestimmung der Magnesia wurden 0,0130 g pyrophosphorsaures Magnesium erhalten, und daraus mittels des betreffenden Faktors 0,3622 × 0,0130

= 0,0047 g Magnesiumoxyd.

1000 ccm Wasser, mit Salzsäure auf ein geringes Volum eingedampft, gaben, mit Chlorbaryum versetzt, einen Niederschlag von 0,1537 g schwefelsaurem Baryum. Derselbe gibt mittels des betreffenden Faktors: 0,3430 × 0,1537

= 0,0527 g Schwefelsäureanhydrid.

In weiteren 1000 ccm Wasser wurden

0,0107 g Chloralkalien

gefunden.

Bei der Chlorbestimmung gebrauchten 300 ccm Wasser = 0,55 ccm Zehntelnormal-Silberlösung, von welcher 1,0 ccm = 0,00355 g Chlor anzeigt.

0,00355 × 0,55 = 0,00195 g Chlor in 300 ccm, ergeben für 1000 ccm

= 0,0065 g Chlor.

100 ccm wurden in oben angegebener Weise zur Bestimmung der organischen Stoffe verwandt. (10,0 ccm hundertstelnormale Oxalsäurelösung gebrauchten 9,8 ccm Permanganatlösung.) Sie bedurften 15,3 ccm Permanganatlösung, wovon, nach Abzug von . . . . 9,8 ccm
für den Zusatz von Oxalsäure mithin . . . . = 5,5 ccm
zur Oxydation der organischen Stoffe verbraucht sind:

$$\frac{5,5 \times 0,0158}{9,8} = 0,00886 \text{ g organische Stoffe}$$

in 100 ccm, geben in 1000 ccm:

0,0886 g gelöste organische Stoffe.

25,0 ccm Wasser dienten zur Bestimmung der Salpetersäure. (Der Titer der Indigolösung war: 6,5 ccm Lösung = 0,001 g Salpetersäure.)

Die Bläuung trat nach Zusatz von 2,2 ccm Indigolösung ein, welche nach dem Ansatz:

$$6{,}5 : 0{,}01 = 2{,}2 : x,$$
$$x = 0{,}00034 \text{ g Salpetersäure}$$

anzeigen. 1000 ccm Wasser enthalten also:

0,0136 g Salpetersäure.

Salpetrige Säure war in geringen Spuren vorhanden.

Ammoniak konnte quantitativ bestimmt werden. Von der benutzten Schwefelleberlösung zeigten 15,7 ccm = 0,100 g Quecksilber an. 200 ccm Wasser wurden mit etwas Magnesiumsulfatlösung und 4 ccm Neßlerschem Reagens gefällt. Zu der Auflösung des abfiltrierten und ausgewaschenen Niederschlages wurden, bis die Bräunung des Bleipapiers eintrat, 3,5 ccm obiger Schwefelleberlösung gebraucht, welche ($15{,}7 : 0{,}100 = 3{,}5 : x$) = 0,0223 g Quecksilber anzeigten, mithin, da 1 Tl. Quecksilber 0,0426 g Ammoniak entsprechen, $0{,}0223 \times 0{,}0426 = 0{,}00094998$ g Ammoniak in den verwendeten 200 ccm Wasser anzeigen. In 100000 Tln. Wasser sind mithin $0{,}00094998 \times 500$

= **0,475** g Ammoniak.

(Das Beispiel für die kolorimetrische Bestimmung war des besseren Verständnisses halber der Beschreibung der Methode unmittelbar angehängt, S. 317.)

Bei der Bestimmung der Härte gebrauchten 20,0 ccm Wasser 28,1° titrierter Seifenlösung, woraus sich also $28{,}1 \times 2$

= **56,2°** Gesamthärte (französische Grade)

oder 31,5 deutsche Härtegrade berechnen.

400 ccm des gekochten Wassers bedurften 6,8° Seifenlösung bis zum Hervorrufen des bleibenden Schaumes. Sie zeigen mithin an:

6,8° bleibende Härte (französische Grade)

oder 3,7 deutsche Härtegrade, und mithin: 56,2 — 6,8

= **49,4°** temporäre Härte (entsprechend 27,8 deutschen Graden).

Auf 100000 Tle. Wasser bezogen, stellen sich danach die folgenden, durch die Analyse ermittelten Zahlenwerte heraus:

69,30	Tle.	fester Gesamtrückstand,
9,60	„	Glühverlust,
59,70	Tle.	mineralische Stoffe,

worin:

21,80	Tle.	Kohlensäure,
0,10	„	Kieselsäure,
0,19	„	Eisenoxyd und Tonerde,
30,79	„	Calciumoxyd (Kalk),

0,47 Tle. Magnesiumoxyd (Magnesia),
5,27 „ Schwefelsäureanhydrid,
1,07 „ Chloralkalien,
0,65 „ Chlor.

Man kann nun entweder die vorstehenden Zahlen ohne weiteres als analytischen Befund abgeben oder man sucht sie in der oben angegebenen Weise zu denjenigen Verbindungen zusammenzufügen, wie solche naturgemäß im Wasser vorzukommen pflegen.

Die letztere Art und Weise der Zusammenstellung gibt ein im allgemeinen verständlicheres Bild von der Beschaffenheit des Wassers.

Die gefundene Menge Chlor, mit dem Faktor 1,6486 multipliziert, gibt die ihr entsprechende Menge Chlornatrium: 1,6486 × 0,65 = 1,072, was mit der direkten Bestimmung der Chloralkalien in diesem Falle genau übereinstimmt.

Die gefundene Schwefelsäure ist darauf mit Calcium zu schwefelsaurem Calcium oder Gips zu berechnen. Dazu dient die Zahl 1,7005 als Rechnungsfaktor. 5,27 × 1,7005 = 8,962 Tle. Gips. Auch hier findet man in dem Unterschied zwischen dem Gewichte des Salzes und dem des darin enthaltenen Säureanhydrids die Gewichtsmenge des betreffenden Oxydes (vgl. S. 273), in diesem Falle also: 8,962 Gips — 5,27 Schwefelsäureanhydrid = 3,692 Kalk, welcher Betrag von der Gesamtmenge des Kalkes in Abzug gebracht wird. Der Rest des Kalkes: 30,796 — 3,692 = 27,104 Kalk, ist auf Kohlensäuresalz zu berechnen. Der dazu dienende Faktor ist 1,7845; mithin 27,104 × 1,7845 = 48,367 Teile kohlensaures Calcium, worin 48,367 — 27,104 = 21,263 Kohlensäureanhydrid.

Die Magnesia rechnet man auf kohlensaures Magnesium um, wenn, wie bei dem gewählten Beispiel, Schwefelsäure und Chlor durch Calcium und Natrium vollständig beansprucht werden. Der betreffende Faktor ist 2,0913.

0,47 × 2,0913 = 0,982 kohlensaures Magnesium,

worin 0,982 — 0,47 = 0,512 Kohlensäureanhydrid.

Diese letztaufgeführte Menge, mit dem aus dem kohlensauren Kalksalze sich ergebenden Betrage zusammenaddiert, gibt:

$$\begin{array}{r} 0,512 \\ +\ 21,263 \\ \hline =21,775 \end{array} \text{ Kohlensäure,}$$

welche Zahl mit dem direkt ermittelten Kohlensäuregehalt übereinstimmen muß.

Alle übrigen Zahlen bedürfen einer Umrechnung nicht und werden ohne weiteres aufgeführt. Die sämtlichen Untersuchungsergebnisse stellt man, unter Abrundung aller Zahlen auf zwei Dezimalstellen, etwa in folgender Weise übersichtlich zusammen:

„100000 Tle. Wasser enthalten im filtrierten Zustande:

69,30	Tle.	festen Gesamtrückstand,
9,60	„	Glühverlust,
59,70	Tle.	mineralische Stoffe;

worin:

0,10	Tle.	Kieselsäure,
0,19	„	Eisenoxyd und Tonerde,
48,36	„	kohlensaures Calcium,
8,96	„	schwefelsaures Calcium (Gips),
0,98	„	kohlensaures Magnesium,
1,07	„	Chlornatrium,
0,04	„	unbestimmt und Rest,
59,70	Tle.;	

ferner:

8,86 Tle. gelöste organische Stoffe[1]),
1,36 „ Salpetersäure,
Spuren von salpetriger Säure,
0,48 Tle. Ammoniak.

Gesamthärte des Wassers . . 56,2° (französische Grade),
Bleibende Härte . . . . . . 6,8° (französische Grade).

Das Wasser war fast klar, ohne Farbe, Geruch und Geschmack und hinterließ beim Filtrieren einen ganz geringen, aus feinen Tonteilchen bestehenden Rückstand."

Berechnung der für die Reinigung von Kesselspeisewasser erforderlichen Mengen von Soda und gebranntem Kalk.

Die zur Dampfkesselspeisung dienenden Wässer werden zweckmäßig vor oder auch wohl unter Umständen nach dem Eintritt in den Kessel von denjenigen Stoffen befreit, welche zum Ansatz von sogenanntem Kesselstein Anlaß geben können. Es sind dies das schwefelsaure Calcium, das kohlensaure Calcium und das kohlensaure Magnesium.

Zur Entfernung des schwefelsauren Calciums verwendet man entwässertes kohlensaures Natrium, welches sich mit dem Kalksalz nach folgender Formel umsetzt:

$$CaSO_4 + Na_2CO_3 = CaCO_3 + Na_2SO_4.$$

Dabei fällt das kohlensaure Calcium als unlöslich in Wasser aus und bildet einen leicht zu entfernenden Schlamm; das sehr leicht lös-

---

[1]) An Stelle dieser Angabe könnte, wie oben S. 310 gezeigt, auch gesetzt werden:

„Bedarf an übermangansaurem Kalium . . = 1,77 Tle."

oder

„Bedarf an Sauerstoff . . . . = 0,45 Tle."

liche schwefelsaure Natrium verbleibt zwar dem Kesselwasser, kann aber keine festen Ausscheidungen im Kessel mehr liefern.

Die Kohlensäuresalze des Calciums und Magnesiums sind in dem ursprünglichen Wasser als Bikarbonate oder sogenannte doppeltkohlensaure Salze vorhanden und als solche löslich. Setzt man nun dem Wasser Kalk (CaO) zu, so vereinigt sich die Hälfte der Kohlensäure der Bikarbonate mit dem zugesetzten Calciumoxyd und die so entstandenen unlöslichen einfach-kohlensäuren Salze fallen aus:

$$CaH_2(CO_3)_2 + CaO = 2\,CaCO_3 + H_2O,$$
$$MgH_2(CO_3)_2 + CaO = MgCO_3 + CaCO_3 + H_2O.$$

Auf Grund der Zersetzungsformeln berechnet sich, daß je 1 Tl. schwefelsaures Calcium 0,789 Tle. kohlensaures Natrium zur Umsetzung bedarf, zur Ausfällung des im Wasser vorhandenen kohlensauren Calciums ist eine dem darin enthaltenen Calciumoxyd gleiche Menge und zur Ausfällung des kohlensauren Magnesiums sind auf je 1 Tl. des darin enthaltenen Magnesiumoxyds 1,39 Tle. Calciumoxyd erforderlich.

Beispiel. Die oben gegebene Zusammensetzung eines Wassers führt für 100000 Tle. desselben folgende Beträge der hier zu berücksichtigenden Stoffe auf:

8,96	Tle.	schwefelsaures Calcium,	mit	3,69 Tln.	Calciumoxyd,
48,36	„	kohlensaures „	„	27,10 „	„
0,99	„	kohlensaures Magnesium	„	0,47 „	Magnesiumoxyd.

Da 1 Tl. schwefelsaures Calcium 0,789 Tle. kohlensaures Natrium zur Umsetzung benötigt, so sind für die hier vorhandene Menge $8{,}96 \times 0{,}789 = 7{,}07$ Tle. Soda erforderlich; für die Umsetzung des Calciumkarbonats 27,10 Tle. Calciumoxyd, für die des Magnesiumkarbonats $0{,}47 \times 1{,}39 = 0{,}65$, zusammen 27,75 Tle. Calciumoxyd.

Als kohlensaures Natrium wird die in sehr reinem Zustande im Handel gehende calcinierte Soda angewandt. Gute Marken enthalten etwa 98 Proz. des Salzes. Nach dem Ansatz $98 : 100 = 7{,}07 : x$ berechnet sich der Zusatz x für 100000 g (oder 100 Liter) Wasser auf 7,2 g 98proz. Soda. Der Kalkzusatz erfolgt in Form von Kalkmilch, die aus gebranntem Kalk hergestellt wird. Gebrannter Kalk enthält im Durchschnitt 80 Proz. Calciumoxyd, mithin sind nach dem Ansatz $80 : 100 = 27{,}75 : x$ als Zusatz zu obiger Wassermenge 34,7 g 80proz. gebrannten Kalkes abzuwägen. Man gibt für die praktische Ausführung gewöhnlich die Menge Kalk und Soda an, welche sich für 1 cbm (1000 Liter) Wasser berechnet. Danach würde sich der erforderliche Zusatz für **1 cbm** des als Beispiel gewählten Wassers stellen auf rund **72 g** 98proz. calcinierter Soda und **350 g** 80proz. gebrannnten Kalkes.

Handelt es sich bei Wasseruntersuchungen nur um die Feststellung der obengedachten Zusätze zur Reinigung von Kesselspeisewasser, so kann man sich darauf beschränken, in 250 ccm die Schwefelsäure, in

anderen 250 ccm Calcium- und Magnesiumoxyd nach D und E, S. 300 und 303, zu fällen. Man bestimmt daraus die Menge des schwefelsauren Calciums und des an Kohlensäure gebunden gewesenen Calcium- und Magnesiumoxyds und berechnet mit den so erhaltenen Zahlen, wie oben angegeben, die erforderliche Menge der Zusätze.

Nach Feststellungen des Magdeburger Dampfkessel-Überwachungsvereins kann Speisewasser bis zu 10° Härte (deutsche Grade) ohne Reinigung verwendet werden. Von 15 bis 30° Härte ist Reinigung erforderlich, dieselbe kann aber im Kessel selbst vorgenommen werden, solange der feste Gesamtrückstand 200 Tle. in 100000 Tln. Wasser nicht überschreitet. Größere Härte, bzw. größere Mengen festen Gesamtrückstandes erfordern Reinigung des Wassers vor Eintritt in den Kessel.

IV.

Kalkstein.

Der Kalkstein, im wesentlichen aus kohlensaurem Calcium bestehend, der sog. „ungebrannte Kalk“, liefert den Zuckerfabriken die für die Zwecke der Saturation erforderliche Kohlensäure. Er wird in besonders für diese Zwecke gebauten Kalköfen gebrannt, d. h. bis zum Entweichen der Kohlensäure erhitzt, und hinterläßt dabei als zweites wichtiges Erzeugnis den zur Scheidung der Rübensäfte verwendeten Ätzkalk oder gebrannten Kalk, den sog. Scheidekalk.

Die Wahl eines Kalksteines für den Fabrikgebrauch wird immer durch die Rücksicht auf die Verwendung des Ätzkalkes bestimmt. Je reiner der Kalkstein, d. h. je mehr kohlensaures Calcium darin enthalten, desto geeigneter ist er, und zwar für beide Gebrauchszwecke.

Die in der Natur vorkommenden Kalkgesteine sind sehr verschiedenartig zusammengesetzt, sie enthalten neben dem kohlensauren Calcium wechselnde Mengen von kohlensaurem Magnesium, schwefelsaurem Calcium (Gips), Eisenoxyden, kieselsauren Alkalien, Ton und Sand, bisweilen auch Kohle und organische Substanzen. Schädlich für die Verwendung bei der Zuckerfabrikation ist ein irgend erheblicher Gehalt an Gips und an Alkaliverbindungen, welche letztere durch das Brennen aufgeschlossen und damit zum Teil in Wasser, bzw. in den Rübensäften löslich werden. Durch die üblichen Reinigungsmittel nicht abscheidbar, verbleiben sie den Fabrikationsprodukten, erhöhen den Gehalt derselben an Salzen und bewirken dadurch die vermehrte Bildung von Melasse. Auch die Gegenwart von Magnesia wird für nachteilig gehalten.

Ein guter Kalkstein sollte deshalb neben möglichst wenig kohlensaurem Magnesium nicht über 0,4 Proz. Gips enthalten, nach dem Brennen und Löschen sollten nicht über 0,15 bis 0,20 Proz. freies Ätzkali löslich geworden sein. Die übrigen Nebenbestandteile sind mehr lästig als schädlich, so die Kieselsäure, welche sich in Form krustenförmiger Ausscheidungen in den Verdampfapparaten unangenehm bemerklich machen kann, und der Ton und Sand, die als wertlose Stoffe das Gewicht des rohen Kalksteines und demnächst die Menge des Scheide-

schlammes unnötig vermehren. Die Gesamtmenge der neben dem kohlensauren Kalk vorhandenen Bestandteile sollte 10 Proz. nicht übersteigen.

Von dem zu untersuchenden lufttrockenen Kalkstein wird ein gutes Durchschnittsmuster fein gepulvert und in einem dicht schließenden Glase aufbewahrt. Zur Analyse wägt man von dieser lufttrockenen Substanz ab, die Ergebnisse aber bezieht man auf wasserfreie Substanz und gibt den ursprünglichen Feuchtigkeitsgehalt daneben gesondert an.

A. Bestimmung der Feuchtigkeit.

10,0 g des gepulverten Kalksteins werden bei einer Temperatur von 120 bis 125° C im Messingschälchen in üblicher Weise getrocknet.

B. Bestimmung des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes (Sand und Ton).

10,0 g Kalksteinpulver werden, mit etwa 40 bis 50 ccm Wasser angerührt, in einer Schale mit 50 ccm reiner Salzsäure und 2 bis 3 ccm Salpetersäure[1]) übergossen, indem man durch ein übergedecktes, großes Uhrglas ein Verspritzen, und, wenn nötig, durch Hinzufügen einer geringen Menge Äther ein Überschäumen des Inhalts vermeidet. Man kocht die Lösung etwa 10 Minuten lang, spült das Uhrglas mit heißem Wasser in die Schale ab, läßt kurze Zeit absitzen, filtriert noch heiß durch ein kleines Filter von bekanntem Aschegehalt, bringt den von der Salzsäure ungelösten Anteil vollständig darauf, wäscht ihn mit heißem Wasser aus, bis die abtropfende Flüssigkeit blaues Lackmuspapier nicht mehr rötet, trocknet, glüht und wägt ihn. Das so erhaltene Gewicht, mit 20 multipliziert, ergibt den Prozentgehalt an Sand und Ton.

Das mit dem Waschwasser vereinigte Filtrat, welches man am zweckmäßigsten gleich in einem Maßkolben von 500 ccm Inhalt auffängt, wird nach dem Erkalten mit destilliertem Wasser bis zur Marke (= 500 ccm) verdünnt und dient nach gutem Mischen zur Bestimmung der übrigen Bestandteile.

C. Bestimmung des schwefelsauren Calciums.

100 ccm (= 2,0 g Kalkstein) der bei B erhaltenen salzsauren Lösung werden in einem Kolben oder einem Becherglase zum Sieden erhitzt. Nach vorsichtigem Zusatz von Chlorbaryumlösung wird ein etwa erhaltener Niederschlag von schwefelsaurem Baryum nach der auf S. 303 angegebenen Weise behandelt und bestimmt. Das Gewicht desselben, mit dem Faktor 0,5833 multipliziert, gibt die Menge des in 2,0 g Kalkstein enthaltenen schwefelsauren Calciums.

---

[1]) Die Salpetersäure wandelt demnächst beim Kochen das bisweilen vorhandene Eisenoxydul in Oxyd um.

Beispiel. Es wurden nach Abzug der Filterasche erhalten: 0,0096 g schwefelsaures Baryum, entsprechend: 0,0096 g × 0,5833 = 0,0056 schwefelsaurem Calcium in 2,0 g Kalkstein, mithin in 100 Tln.

$$0{,}0056 \times 50 = 0{,}28 \text{ Proz.}$$

Die aus diesem Betrage sich berechnende Menge Calciumoxyd muß demnächst bei der Bestimmung des kohlensauren Calciums unter E a) berücksichtigt und in Abzug gebracht werden. Sie ergibt sich durch Multiplikation des Betrages für schwefelsaures Calcium mit dem Faktor 0,4119 und stellt sich also bei obigem Beispiel auf 0,28 × 0,4119 = 0,115 Proz. Calciumoxyd.

D. Bestimmung von Eisenoxyd und Tonerde.

100 ccm (= 2,0 g Kalkstein) der bei B erhaltenen Lösung erhitzt man in einem Becherglase bis fast zum Sieden, fügt tropfenweise Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaktion hinzu, und scheidet dadurch Eisenoxyd und Tonerde als Hydrate in Form eines grobflockigen Niederschlages aus, welcher je nach der Menge des vorhandenen Eisens mehr oder weniger rotbraun gefärbt ist.

Man hält, um das freie Ammoniak auszutreiben, in gelindem Sieden, bis dessen Geruch verschwunden ist, sodann, während man die Flüssigkeit fortwährend heiß erhält, wird über ein kleines Filter abfiltriert, der Niederschlag ausgewaschen, geglüht und gewogen. Nach Abzug der Filterasche erhält man durch Multiplikation mit 50 den Prozentgehalt an Eisenoxyd und Tonerde, welche einer Trennung und gesonderter Angabe nicht bedürfen.

Man muß das Filtrieren möglichst beschleunigen, um nicht gleichzeitig infolge einer Anziehung von Kohlensäure aus der Luft kohlensaures Calcium in den Niederschlag zu erhalten. Die aufsteigenden Dämpfe der heißen Flüssigkeit halten den Zutritt der Luft fern. Man filtriert in einen mit 250-ccm-Marke versehenen Maßkolben, wäscht mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion aus, füllt nach dem Erkalten bis zur Marke und mischt. Die Flüssigkeit dient demnächst zur Bestimmung von Kalk und Magnesia.

E. Bestimmung des kohlensauren Calciums.

Die am schnellsten ausführbare Methode zur Bestimmung des Calciumkarbonats beruht auf der Ermittelung der im Kalkstein vorhandenen Kohlensäure. Es ist jedoch dabei zu berücksichtigen, daß auf diese Weise bei einem gleichzeitigen Vorkommen von kohlensaurem Magnesium (in dolomitischen Kalken) nicht nur die an Calcium, sondern auch die an Magnesium gebundene Kohlensäure erhalten wird, die Berechnung derselben auf Calcium allein daher nicht zulässig ist. In den meisten Fällen ist der Magnesiumgehalt ein sehr geringer, so daß für

technische Zwecke diese Art der Bestimmung genügt; findet sich aber eine größere Menge desselben, so muß der Gehalt an Calciumkarbonat auf andere Weise, nach a), bestimmt werden.

a) Bestimmung durch Wägung der ausgefällten Calciumverbindung.

Von der bei D erhaltenen, von dem Eisenoxyd- und Tonerdeniederschlage abfiltrierten Lösung werden 25 ccm (= 0,20 g Kalkstein) in ein Becherglas pipettiert, mit 100 bis 150 ccm Wasser verdünnt, mit Essigsäure angesäuert und siedend heiß mit einer Lösung von oxalsaurem Ammon versetzt, bis nach weiterem, tropfenweisem Zusatz derselben kein Niederschlag mehr entsteht.

Man kann dann sofort filtrieren; das gefällte oxalsaure Calcium wird auf einem gewogenen Filter gesammelt (S. 301), mit heißem Wasser ausgewaschen und, samt dem Filter, anfänglich im Trichter, dann vorsichtig in das zur Filterwägung vorher benutzte Trockenglas übertragen, in diesem bei 100° C getrocknet und gewogen. (Das Filtrat bleibt unbenutzt und kann sofort beseitigt werden.)

Erwies sich bei C der Kalkstein frei von schwefelsaurem Calcium, oder war die Fällung von Chlorbaryum so schwach, daß sie vernachlässigt werden durfte, so kann man den Wägungsbetrag ohne weiteres auf kohlensaures Calcium — und zwar durch Multiplikation mit dem Faktor 0,6851 — umrechnen; ist aber Gips in wägbaren Mengen vorhanden gewesen, so muß der Calciumgehalt desselben berücksichtigt werden.

In letzterem Falle multipliziert man zunächst den Wägungsbetrag mit dem Faktor 0,3839 und erhält dadurch die entsprechende Menge Calciumoxyd, zieht hiervon denjenigen Betrag an Calciumoxyd ab, welcher in der unter C gefundenen Menge schwefelsauren Calciums vorhanden ist, und rechnet nun erst den hier verbleibenden Rest durch Multiplikation mit dem Faktor 1,7845 auf kohlensaures Calcium um.

Beispiel. 25,0 ccm Lösung (= 0,2 g Kalkstein) sind zur Fällung gelangt und geben:

Glas + Filter + Niederschlag	30,397 g,
Glas + Filter.	30,124 g,
Oxalsaures Calcium ($CaC_2O_4 + H_2O$) . .	0,273 g.

0,273 × 0,3839 = 0,10480 Calciumoxyd in 0,2 g Kalkstein, mithin in 100 g: 52,40 Proz.

Davon die laut C an Schwefelsäure gebunden gewesene Menge von 0,115 Proz. in Abzug gebracht, bleiben 52,40 — 0,115 = 52,285 Proz. Calciumoxyd, welche als Kohlensäuresalz zu berechnen sind:

52,285 × 1,7845 = 93,30 Proz. kohlensaures Calcium.

b) Bestimmung aus dem Gewichtsverlust nach Austreibung der Kohlensäure.

Man benutzt zu dieser Bestimmungsmethode den Fig. 110, S. 299 abgebildeten und beschriebenen Geißlerschen Apparat. Nachdem man die Aufsätze *B* unnd *C* abgenommen und das Kölbchen *A*, welches inwendig feucht sein darf, genau tariert hat, bringt man mittels eines kleinen Trichters eine angemessene Menge des zu untersuchenden Kalksteins hinein. Das Gewicht desselben stellt man durch eine zweite Wägung fest, fügt etwa 25 ccm Wasser hinzu und verfährt genau nach den S. 299 u. f. gegebenen Vorschriften. Der schließlich ermittelte Gewichtsverlust entspricht der in der abgewogenen Menge Kalkstein enthalten gewesenen Kohlensäure, und das Gewicht derselben, mit dem Faktor 2,2748 multipliziert, ergibt die ihr entsprechende Menge kohlensaures Calcium.

Beispiel. Es wog: *A* mit Kalkstein . . . . . . 25,766 g,
A leer . . . . 24,134 g,
Kalkstein = 1 632 g.

Gewicht des Apparates vor der Kohlensäureentwickelung 86,516 g,
" " " nach " " . 85,837 g,
mithin Gewichtsverlust = Kohlensäure 0,679 g.

$$1{,}632 : 0{,}679 = 100 : x,$$
$$x = 41{,}61 \text{ Proz. Kohlensäure.}$$

Die Bestimmung des Magnesiumoxydes unter F (S. 315) und die Berechnung des gefundenen Betrages auf kohlensaures Magnesium ergibt dort einen Gehalt von 1,13 Proz., worin (1,13 × Faktor 0,5218) 0,59 Proz. Kohlensäure.

Dieser Betrag, von der oben gefundenen Menge abgesetzt, läßt: 41,61 — 0,59 = 41,01 Proz. Kohlensäure, welche an Calcium gebunden gewesen. Der diesbezügliche Umrechnungsfaktor ist 2,2748, der Gehalt an kohlensaurem Calcium mithin: 41,01 × 2,2748 = 93,29 Proz., mit dem Ergebnisse nach a) übereinstimmend.

Abgekürztes Verfahren. Handelt es sich bei Untersuchung von Kalkstein nur um die Bestimmung von kohlensaurem Calcium allein, so kann man nachstehendes Verfahren anwenden.

Man bringt 5,0 g Kalksteinpulver mit Hilfe eines weithalsigen Trichters in einen dünnwandigen 500-ccm-Kolben, fügt etwa 200 ccm Wasser hinzu, löst in Salzsäure und Salpetersäure genau nach B und fällt noch heiß in demselben Kolben und, ohne vorher zu filtrieren, Eisenoxyd und Tonerde nach D. Die Lösung wird bis zum völligen Verschwinden des Ammoniakgeruchs gekocht, mit destilliertem Wasser bis fast zur Marke verdünnt, im lose verstopften Kolben abgekühlt, zur Marke aufgefüllt und gemischt. Man filtriert durch ein großes,

bedeckt gehaltenes Faltenfilter und fällt aus 25 ccm des Filtrats (= 0,25 g Kalkstein) nach Verdünnung auf etwa 150 ccm, den Kalk genau nach E a).

Die Behandlung des Niederschlages und die Berechnung auf kohlensaures Calcium erfolgt, wie dort angegeben; enthält der Kalkstein schwefelsaures Calcium, so ist in 200 ccm des Filtrats (= 2,0 g Kalkstein) die Schwefelsäure nach C zu bestimmen und die ihr zukommende Menge Calciumoxyd bei der Berechnung abzusetzen.

F. Bestimmung der Magnesia.

Von dem bei D hergestellten, von Eisenoxyd und Tonerde freien Filtrat werden 200 ccm (= 1,6 g Kalkstein) in einen mit 500-ccm-Marke versehenen Kochkolben pipettiert, und nach Zusatz von etwas Essigsäure wird der Kalk nach E a) durch oxalsaures Ammon ausgefällt.

Nach dem Erkalten füllt man bis zur Marke mit destilliertem Wasser, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Filter in ein trockenes Gefäß, bringt vom klaren Filtrat mittels der Pipette 300 ccm in ein großes Becherglas, fügt 100 ccm Ammoniak hinzu und versetzt mit einer Lösung von phosphorsaurem Natrium. Ein etwa entstandener Niederschlag von phosphorsaurem Ammonmagnesium wird genau nach S. 303 behandelt und schließlich als pyrophosphorsaures Magnesium gewogen.

Nach den verschiedenen Verdünnungen entsprechen die zur Fällung verwendeten 300 ccm Flüssigkeit noch 0,96 g des ursprünglichen Kalksteines [1]).

Beispiel. Nach Abzug der Filterasche verblieb im Platintiegel ein Betrag von 0,0143 g pyrophosphorsaures Magnesium, welcher nach Multiplikation mit dem Faktor 0,7574 die entsprechende Menge kohlensaures Magnesium finden läßt.

$0{,}0143 \times 0{,}7574 = 0{,}010831$ in 0,96 g Kalkstein, mithin nach dem Ansatze:

$$0{,}96 : 0{,}010831 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}13 \text{ Proz. kohlensaures Magnesium.}$$

G. Bestimmung der Alkalien.

Da diese Bestimmung in der salzsauren Lösung des Kalksteines sehr umständlich und zeitraubend, so führt man dieselbe kürzer und bequemer mit gebranntem Kalk aus und rechnet den gefundenen Wert auf ungebrannten Kalk zurück.

Hat man nicht Gelegenheit, eine größere Probe des zu untersuchenden Gesteins in bereits gebranntem Zustande verwenden zu können, so führt man im Laboratorium das Brennen einer kleinen Probe auf

---

[1])
$$250 \text{ ccm (S. 312)} : 2{,}0 \text{ g} = 200 : x,$$
$$x = 1{,}6 \text{ g}.$$
$$500 \text{ ccm} : 1{,}6 \text{ g} = 300 : x,$$
$$x = 0{,}96 \text{ g}.$$

folgende Weise aus. Man füllt einen aus feuerfestem Ton bestehenden, sog. hessischen Tiegel von etwa 20 cm Höhe, welcher am Boden, um den Luftdurchzug zu ermöglichen, eine mit einem größeren, flachen Kalksteinbrocken lose zu überdeckende Durchbohrung von $^1/_2$ cm Weite hat, mit kleinen, etwa bohnengroßen Stücken Kalkstein, und läßt ihn unbedeckt einige Stunden lang in einem Ofen (ein kleiner sog. Kanonenofen genügt dazu), in Holzkohlen eingebettet, vollständig durchglühen. Der Tiegel muß dabei auf dem Ofenrost oder auf untergelegte Steine so gestellt werden, daß seine Bodenöffnung freibleibt und mittels derselben ein Luftzug durch den Tiegel stattfinden kann, welcher die ausgetriebene Kohlensäure fortführt.

Man gelangt auch wohl zum Ziele, wenn man den zu brennenden Kalkstein in einzelnen größeren, nicht zu dicken, sondern scherbenartig geschlagenen Stücken ohne weiteres, und nicht zu kurze Zeit zwischen die glühenden Heizkohlen eines gut ziehenden Stubenofens legt.

Anhängende Kohlenasche ist demnächst zu entfernen; die gebrannten Stücke müssen nach dem Erkalten in dicht schließenden Gefäßen aufbewahrt und so vor Anziehung von Kohlensäure und Feuchtigkeit aus der umgebenden Luft gesichert werden.

Die Alkalien sind, wie schon im Eingange bemerkt, im Kalkstein in Form von Silikaten vorhanden, welche durch den Prozeß des Brennens zerlegt werden. Es entstehen Kieselsäure und Ätzalkalien, welche leicht in Wasser löslich, an Chlor gebunden und als Chloralkalien bestimmt werden. Bei dem fast gänzlichen Zurücktreten von Natriumsilikaten im Kalkstein kann man, ohne einen wesentlichen Fehler zu begehen, die ganze Menge der erhaltenen Chloralkalien als Chlorkalium ansehen und dementsprechend den Alkaligehalt ausschließlich als Kali (Kaliumoxyd) in Rechnung stellen.

Zur Bestimmung desselben verfährt man folgendermaßen:

150,0 g einer guten Durchschnittsprobe des gebrannten Kalkes, in kleine Stücke geschlagen, übergießt man in einer zwei Liter fassenden, trockenen Flasche mit 1500 ccm destilliertem Wasser, läßt mit lockerem Korkverschluß unter öfterem Umschütteln so lange stehen, bis sich aller Kalk gelöscht und in Wasser fein zerteilt hat, kühlt ab, filtriert durch ein großes, unbenäßtes Faltenfilter und verwendet 1000 ccm der Flüssigkeit (= 100,0 g Ätzkalk) zur Bestimmung.

Da in dem Filtrate neben den Alkalien auch Ätzkalk gelöst ist, so scheidet man diesen zunächst durch Einleiten von Kohlensäure in die vorher heiß gemachte Flüssigkeit als kohlensaures Calcium ab, filtriert durch ein kleines Filter, wäscht dasselbe mit Wasser nach und verdampft die klare Lösung in einer größeren Porzellanschale, unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure behufs Bildung von Chlorkalium auf offener Flamme, zuletzt auf dem Wasserbade zur Trockne. Der in 10 bis 15 ccm Wasser gelöste Rückstand wird mit einigen Tropfen einer Lösung von oxalsaurem Ammon versetzt, um die letzten Mengen Kalk

auszufällen, worauf man durch ein kleines Filter in einem vorher gewogenen Porzellantiegel filtriert, und die Flüssigkeit in diesem zur Trockne verdampft, den geringen Rückstand schwach glüht und wägt. Das erhaltene Mehrgewicht ist die aus 100,0 g gebranntem Kalk erhaltene Menge Chlorkalium, welche auf ungebrannten Kalk zu berechnen ist.

Beispiel. Ein zur Analyse gelangender Kalkstein enthielt im getrockneten Zustande (s. f. S.):

93,98	Proz. kohlensaures	Calcium,
1,14	„ „	Magnesium,
4,88	„ andere	Stoffe,
100,00	Proz.	

Diese 93,98 Tle. kohlensaures Calcium geben, mit dem Faktor 0,5604 multipliziert, $93{,}98 \times 0{,}5604 = 52{,}67$ Proz. Ätzkalk, und die 1,14 Proz. kohlensaures Magnesium, mit dem Faktor 0,4782 multipliziert, 0,54 Magnesiumoxyd, welche mit den bei dem Brennen im wesentlichen quantitativ unverändert gebliebenen 4,88 Proz. anderweitigen Stoffen zusammen 58,09 Proz. gebrannten Kalk liefern. 100,0 g des letzteren gaben, nach obiger Methode behandelt, 0,0950 g Chlorkalium, mithin 58,09 g (= 100 g ungebrannter Kalk):

$$100{,}0 : 0{,}095 = 58{,}09 : x,$$
$$x = 0{,}055 \text{ Proz. Chlorkalium.}$$

Durch Multiplikation dieser Zahl endlich mit dem Fakter 0,6317 erhält man die ihr entsprechende Menge Kali (Kaliumoxyd):

$$0{,}055 \times 0{,}6317 = 0{,}035 \text{ Proz. Kali.}$$

Man kann selbstverständlich diese Zahl nicht in die prozentische Aufstellung der übrigen Bestandteile des untersuchten Kalksteines mit hineinrechnen, denn das Kali ist nicht als solches, sondern als Silikat vorhanden, — man gibt deshalb die Zahl, neben einer angemessenen Erklärung, der analytischen Zusammenstellung gesondert hinzu.

Das im vorstehenden gewählte Beispiel hat folgende Werte für die lufttrockene Substanz ergeben: 0,28 Proz. schwefelsaures Calcium, 93,29 Proz. kohlensaures Calcium [unter E a) gefunden], 1,13 Proz. kohlensaures Magnesium, daneben seien ermittelt: 0,74 Proz. Eisenoxyd und Tonerde, 3,65 Proz. in Salzsäure Unlösliches (Sand und Ton) und 0,73 Proz. Feuchtigkeit (entsprechend 99,27 Proz. wasserfreier Substanz).

Zur Umrechnung auf letztere ist dann anzusetzen:

$$99{,}27 : 93{,}29 = 100 : x,$$
$$x = 93{,}98 \text{ Proz. kohlensaures Calcium,}$$

und in gleicher Weise bei allen übrigen Werten.

Die so gewonnenen Ergebnisse würden alsdann in folgender Weise zusammenzustellen sein:

„Der untersuchte Kalkstein enthält im wasserfreien Zustande (bei 120° C getrocknet):

93,98	Proz.	kohlensaures Calcium,
1,14	„	kohlensaures Magnesium,
0,75	„	Eisenoxyd und Tonerde,
0,28	„	schwefelsaures Calcium,
3,68	„	in Salzsäure Unlösliches (Sand und Ton),
0,17	„	Rest (Alkalisilikate usw.),
100,00	Proz.	

Aus 100 Teilen desselben sind durch Brennen und Löschen 0,035 Proz. Kali löslich geworden.

Der Feuchtigkeitsgehalt des ungetrockneten Kalksteines betrug 0,73 Proz.“

V.

Scheidekalk.

(Gebrannter Kalk. Ätzkalk.)

Wenn die chemische Zusammensetzung des zur Darstellung des Scheidekalkes benutzten Kalksteines bekannt ist, so läßt sich daraus die Zusammensetzung des gebrannten Kalkes mit genügender Sicherheit berechnen. Da die Analyse von Kalkstein bei weitem einfacher und die Beschaffung richtiger Durchschnittsmuster viel leichter ist als beim Scheidekalk, der durch Anziehung von Feuchtigkeit und Kohlensäure aus der Luft sich fortwährend verändert, so ist diese Art der Berechnung einer besonderen Untersuchung immer vorzuziehen. 100 Tle. Kalkstein geben so viel gebrannten Kalk, als nach Abzug der Kohlensäure vom Gesamtgewichte des untersuchten trockenen Kalksteines übrig bleibt.

Ist jedoch eine solche Berechnung untunlich und somit die Untersuchung des gebrannten Kalkes geboten, so erstreckt sie sich neben der Bestimmung des Kalkgehaltes auf den Gehalt an Ätzkali, Kieselsäure und Sand, Eisenoxyd und Tonerde, Magnesia und schwefelsaurem Calcium oder Gips. Gewöhnlich enthält der gebrannte Kalk, wenn er nicht ganz gut verschlossen aufbewahrt wurde, auch etwas Wasser, und zwar in chemischer Verbindung, als Hydratwasser; in schlecht gebranntem oder lange gelagertem Kalk kann eine Bestimmung der darin verbliebenen oder aufs neue aus der umgebenden Luft angezogenen Kohlensäure notwendig werden.

Wird gebrannter Kalk (CaO) mit Wasser besprengt, so verbindet sich das Calciumoxyd unter starker Entwickelung von Wärme chemisch mit Wasser zu Calciumhydroxyd [$Ca(OH)_2$]. Diese Umwandlung wird das Löschen des Kalkes genannt. Der Kalk zerfällt zu feinpulverigem, trockenem, gelöschtem Kalk. Derselbe enthält je nach seiner Reinheit etwa 75 Proz. Calciumoxyd. Mit Wasser reichlich übergossen, gibt

gebrannter Kalk unter heftigem Kochen und Spritzen den sog. Kalkbrei, der das Hydrat in feinster Zerteilung enthält und um so zäher und „fetter" ist, je reiner der Kalk war. Unreiner, mit fremden Beimengungen stark versehener Kalk gibt einen „mageren" Kalkbrei. Verdünnt man Kalkbrei mit Wasser, so erhält man Kalkmilch.

Das Calciumhydroxyd, $Ca(OH)_2$, ist in Wasser wenig löslich, und zwar weniger löslich in heißem Wasser, als in kaltem, daher trübt sich seine kalt bereitete Lösung, welche Kalkwasser genannt wird, beim Erhitzen infolge der Ausscheidung von Hydrat. 1 Tl. Kalk (CaO) bedarf zu seiner Lösung 776 Tle. Wasser von 15,0° C und 1482 Tle. Wasser von 80° C [1]). Das Kalkwasser reagiert stark alkalisch und besitzt einen schrumpfenden Geschmack.

Man versichert sich vor der Untersuchung, ob der Kalk gut gebrannt ist. Mit Wasser reichlich übergossen, muß er sich in kurzer Zeit zu einem gleichmäßig feinen Brei, in welchem keine harten Stücke zurückbleiben dürfen, löschen.

Ein zu schwach oder nur zum Teil gebrannter Kalk löscht sich unvollständig und hinterläßt Stücke von kohlensaurem Calcium, welche, mit Salzsäure befeuchtet, aufbrausen; ein zu stark gebrannter (gesinterter) oder zu viel Kieselsäure oder deren Verbindungen enthaltender Kalk löscht sich sehr langsam, nur teilweise oder gar nicht, und die dabei zurückbleibenden Stücke brausen nicht mit Salzsäure. Man nennt ihn in diesem Zustande „tot gebrannt" [2]).

Zum Zwecke der Untersuchung wird ein gutes Durchschnittsmuster in einer Reibschale zu feinem Pulver zerrieben. Um dasselbe vor der Einwirkung der atmosphärischen Luft, vor Anziehung von Kohlensäure und Wasser zu schützen, muß es in einem sehr gut verschlossenen Glase aufbewahrt werden. Aus demselben Grunde werden die einzelnen Wägungen tunlichst beschleunigt.

A. Bestimmung des Hydratwassers.

In einem vorher ausgeglühten und gewogenen Porzellan- oder Platintiegel wägt man 3 bis 4 g Kalkpulver ab, erhitzt etwa 10 Minuten lang über einer Flamme zum Glühen, läßt im Exsikkator erkalten und wägt wieder.

Der Tiegel ist bedeckt, also mit aufgelegtem Deckel zu erhitzen, anderenfalls kann das Kalkpulver leicht Kohlensäure aus den Verbrennungsgasen aufnehmen und sich teilweise in Karbonat umwandeln.

Der Unterschied im Gewichte vor und nach dem Glühen entspricht dem vorhanden gewesenen Hydratwasser, dessen Menge auf 100 Tle. berechnet wird.

---

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1897, S. 817.
[2]) Derselbe, Zeitschrift 1896, S. 507.

B. Bestimmung von Kieselsäure und Sand.

5,0 g Kalkpulver rührt man in einer Porzellanschale mit 30 bis 40 ccm Wasser an, fügt so viel Salzsäure hinzu, daß eine klare Lösung entsteht, dampft dieselbe zunächst auf dem Wasserbade soweit wie möglich ein und erhitzt alsdann den infolge der anwesenden Kieselsäure gallertartig werdenden Rückstand im Trockenschranke bei 110° C unter häufigem Umrühren und Zerteilen der entstandenen Klümpchen, bis er völlig trocken erscheint. Es dürfen schließlich keine sauren Dämpfe mehr entweichen. Die aus den vorhandenen Silikaten durch das Brennen des Kalksteines frei und in Wasser löslich gewordene Kieselsäure wird durch diese Behandlung wieder unlöslich. Der Inhalt der Schale wird nach dem Erkalten reichlich mit Salzsäure durchfeuchtet, nach halbstündigem Stehen mit etwa 100 ccm kochendem Wasser übergossen, aufgekocht und nach einigem Absitzen filtriert. Das Filtrat wird zu weiteren Bestimmungen zurückgestellt, der auf dem Filter verbleibende, aus Kieselsäure und Sand bestehende Rückstand sorgfältig ausgewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen.

Will man die Kieselsäure gesondert angeben, so bringt man den eben gewogenen Glührückstand verlustlos in eine Porzellanschale, übergießt ihn mit mäßig konzentrierter, reiner Kalilauge und erhitzt längere Zeit auf kochendem Wasserbade. Während die ausgeschiedene Kieselsäure ein in Wasser lösliches kieselsaures Kalium bildet, bleibt der Sand ungelöst zurück; man verdünnt die Lösung mit heißem Wasser, filtriert, wäscht aus, trocknet, glüht und wägt. Der Unterschied zwischen beiden Wägungsresultaten entspricht dem Gewicht der Kieselsäure.

Beispiel. 5,0 g Ätzkalk wurden gelöst.

Tiegel mit Kieselsäure und Sand . .	22,546 g,
Tiegel (und Filterasche)	22,245 g,
Kieselsäure und Sand . .	0,301 g.

Nach der Behandlung des Rückstandes mit Kalilauge:

Tiegel mit Sand	22,318 g,
Tiegel (und Filterasche)	22,245 g,
Sand	0,073 g.
Mithin	0,301 g,
—	0,073 g,
Kieselsäure	0,228 g.

$$5{,}0 : 0{,}228 = 100 : x,$$
$$x = 4{,}56 \text{ Proz. Kieselsäure;}$$

$$5{,}0 : 0{,}073 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}46 \text{ Proz. Sand.}$$

Das anfänglich erhaltene salzsaure Filtrat nebst dem Auswaschwasser verdünnt man auf 250 ccm (= 5,0 g Scheidekalk) und verwendet dieselben zu den nachstehenden Bestimmungen.

C. Bestimmung des schwefelsauren Calciums.

Mit 100 ccm des bei B erhaltenen Filtrats (entsprechend 2,00 g Scheidekalk) verfährt man, wie bei IV (Kalkstein) C (S. 330) angegeben.

D. Bestimmung von Eisenoxyd und Tonerde.

Man mißt 100 ccm der bei B erhaltenen Flüssigkeit ab (= 2,0 g Scheidekalk) und verfährt genau, wie unter IV (Kalkstein) D (S. 331) angegeben.

Filtrat und Waschwässer vereinigt man in einem 250-ccm-Kolben, läßt erkalten, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf und mischt. Die Flüssigkeit dient zur Bestimmung von Kalk und Magnesia, wie nachstehend unter E a) und F angegeben.

E. Bestimmung des Calciumoxyds.

a) Gewichtsanalytische Bestimmung.

Von der bei D erhaltenen Flüssigkeit mißt man mit einer Pipette 25,0 ccm (= 0,2 g Scheidekalk) in ein Becherglas ab und fällt den Kalk, wie unter E a) auf S. 332 beschrieben, nach Zusatz von Essigsäure, siedend heiß mittels oxalsaurem Ammon. Die Weiterbehandlung des erhaltenen Niederschlages sowie die Berechnung erfolgt genau nach den dort gegebenen Vorschriften.

Durch Multiplikation der für oxalsaures Calcium erhaltenen Zahl mit dem Faktor 0,3839 erhält man den Gesamtgehalt an Calciumoxyd.

Beispiel.		
	Glas mit Filter und Inhalt	31,5931 g,
	Glas mit Filter	30,1530 g,
	Oxalsaures Calcium . .	0,4401 g.

$0{,}4401 \times 0{,}3839 = 0{,}16895$ g Calciumoxyd in 0,2 g angewandter Substanz ergibt nach dem Ansatz:

$$0{,}2 : 0{,}16895 = 100 : x,$$

$$x = 84{,}47 \text{ Proz. Calciumoxyd (Ätzkalk).}$$

Auch hier muß, falls Gips vorhanden, der Gehalt desselben an Calciumoxyd von dem so erhaltenen Betrage nach E a), S. 332, in Abzug gebracht werden.

b) Maßanalytische Bestimmung.

Man wägt auf dem Tarierblech 2,80 g Kalkpulver ab, bringt dasselbe ohne Verlust in eine geräumige Porzellanschale, setzt zunächst 150 ccm Wasser, sodann mittels einer Pipette 100 ccm Normalsalzsäure hinzu und erhitzt die Flüssigkeit bis zum lebhaften Kochen. Nach dem

Erkalten fügt man einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzu und ermittelt die Menge der noch freien, nicht an Kalk gebundenen Säure durch Titration mit Normalnatronlauge bis zum Eintritt der roten Färbung. 1000 ccm Normalsäure[1]) sind gleichwertig mit 28,0 g Calciumoxyd; es würden mithin 2,80 g eines 100-prozentigen (chemisch reinen) Ätzkalks genau 100 ccm Normalsäure zur Neutralisation bedürfen, während die gleiche Menge eines unreinen, mithin geringerprozentigen Ätzkalks naturgemäß eine geringere Menge Normalsäure zur Neutralisation beansprucht. So würden z. B. nach Zusatz von 100 ccm Normalsäure zu 2,80 g eines Scheidekalks von 80 Proz. Calciumoxyd nur 80 ccm Säure gebunden werden, 20 ccm derselben aber frei bleiben und demgemäß beim Zurücktitrieren mit Normallauge 20 ccm derselben zur völligen Neutralisation erfordern.

Man hat also nur nötig, bei Anwendung der oben vorgeschriebenen Mengen (2,80 g Kalkpulver und 100 ccm Normalsäure) die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Normallauge von 100 abzuziehen, um sofort den Prozentgehalt der untersuchten Substanz an Calciumoxyd zu erfahren. Die etwa vorhandenen Mengen von kohlensaurem Calcium, Ätzalkali und Magnesia sind allerdings in dieser Zahl mit einbegriffen und beeinträchtigen, wenn in erheblicher Menge zugegen, dementsprechend die Richtigkeit des erhaltenen Wertes.

Für praktische Zwecke wird die Methode wegen der Schnelligkeit ihrer Ausführung vor der Fällungsanalyse unter a) den Vorzug verdienen, sobald es sich um Kalke handelt, die, wie es gewöhnlich der Fall ist, an den erwähnten Beimengungen arm sind.

Beispiel. 2,80 g Kalkpulver, mit 100 ccm Normalsalzsäure und 150 ccm Wasser gekocht, erfordern nach der Abkühlung noch 13,5 ccm Normalnatronlauge bis zur Neutralisation.

Der untersuchte Scheidekalk hat mithin Gesamtalkalität, in Kalk ausgedrückt, oder einen ungefähren Gehalt von 100 — 13,5 = 86,5 Proz. Calciumoxyd[2]).

---

[1]) Siehe über „Normalsäure" unter dem Abschnitt „Soda".

[2]) Herzfeld hat diese maßanalytische Methode zu einem „einfachen und zweckmäßigen Verfahren" benutzt, „welches mit großer Leichtigkeit die Brauchbarkeit des Kalkes, wenn auch nur oberflächlich, zu prüfen gestattet" (Zeitschrift 1896, S. 501). Er läßt zwei gleich hergestellte Lösungen titrieren, „indem man einmal Methylorange und das zweite Mal Phenolphtaleïn als Indikator anwendet; bei Phenolphtaleïn findet man auf diese Weise nur den Ätzkalk und die vorhandene, meist geringe Menge Magnesia. Wendet man hingegen Methylorange an, so findet man neben diesen Basen auch Eisenoxyd und Tonerde, also bedeutend höhere Werte für die Gesamtalkalität in Kalk ausgedrückt. Je größer die Differenz zwischen den beiden Alkalitätszahlen mit Methylorange und Phenolphtaleïn für denselben Kalk ist, desto unreiner ist derselbe; fallen beide Zahlen ganz oder nahezu gleich aus, so ist dies hingegen ein Zeichen, daß der gebrannte Kalkstein wenig oder kein lösliches Eisen oder Tonerde enthält." Bei Ausführung dieses Verfahrens können die unter E a) gegebenen Vorschriften befolgt werden.

c) Aräometrische Bestimmung.

Für gewisse Fabrikszwecke hinreichend genau läßt sich der Gehalt an Ätzkalk in einer Kalkmilch durch einfache Spindelung bestimmen. Mateczek[1]) hat die nachstehende Tabelle berechnet, welche nach den Angaben eines Aräometers von Baumé den Kalkgehalt einer aus gewöhnlichem, nicht gar zu unreinem Kalk dargestellten Kalkmilch ohne weitere Rechnung ersehen läßt.

Tabelle XIII.

Über den Gehalt der Kalkmilch an Ätzkalk (nach Mateczek).

Grade Baumé	Spez. Gew.	Gew.-Prozente CaO	100 Liter wiegen kg	100 Liter enthalten kg CaO	Grade Baumé	Spez. Gew.	Gew.-Prozente CaO	100 Liter wiegen kg	100 Liter enthalten kg CaO
10	1,075	10,60	125,9	13,3	38	1,357	19,72	149,8	29,5
11	1,083	11,12	127,4	14,2	39	1,370	19,80	149,9	29,6
12	1,091	11,65	129,2	15,2	40	1,383	19,88	149,9	29,8
13	1,100	12,16	130,8	16,1	41	1,397	19,95	150,0	29,9
14	1,108	12,68	132,6	17,0	42	1,410	20,03	150,0	30,1
15	1,116	13,20	134,5	18,0	43	1,424	20,10	150,0	30,2
16	1,125	13,72	136,3	18,9	44	1,438	20,16	150,1	30,3
17	1,134	14,25	138,2	19,8	45	1,453	20,22	150,1	30,4
18	1,142	14,77	139,9	20,7	46	1,468	20,27	150,1	30,5
19	1,152	15,23	141,7	21,6	47	1,483	20,32	150,2	30,6
20	1,162	15,68	143,6	22,4	48	1,498	20,37	150,2	30,7
21	1,171	16,10	145,1	23,3	49	1,514	20,43	150,3	30,7
22	1,180	16,52	146,2	24,0	50	1,530	20,48	150,3	30,8
23	1,190	16,90	146,9	24,7	51	1,540	20,53	150,3	30,9
24	1,200	17,23	147,4	25,3	52	1,563	20,57	150,4	31,0
25	1,210	17,52	147,8	25,8	53	1,580	20,62	150,4	31,1
26	1,220	17,78	148,1	26,3	54	1,597	20,66	150,4	31,1
27	1,231	18,04	148,4	26,7	55	1,615	20,70	150,5	31,2
28	1,241	18,26	148,6	27,0	56	1,634	20,74	150,5	31,3
29	1,252	18,46	148,8	27,4	57	1,652	20,78	150,5	31,3
30	1,263	18,67	149,0	27,7	58	1,671	20,82	150,5	31,4
31	1,274	18,86	149,1	27,9	59	1,691	20,85	150,6	31,4
32	1,285	19,02	149,2	28,2	60	1,711	20,89	150,6	31,5
33	1,297	19,17	149,3	28,4	61	1,732	20,93	150,6	31,5
34	1,308	19,31	149,4	28,7	62	1,753	20,97	150,6	31,6
35	1,320	19,43	149,5	28,9	63	1,774	21,00	150,6	31,6
36	1,332	19,53	149,6	29,1	64	1,796	21,03	150,7	31,7
37	1,345	19,63	149,7	29,3	65	1,819	21,05	150,7	31,7

[1]) Zeitschrift 1874 S. 795.

Bei solcher Bestimmung der Dichte ist bei konzentrierterer Kalkmilch folgendes Verfahren einzuhalten: Man senkt das Aräometer in die in einem nicht zu engen Zylinder befindliche Kalkmilch und beginnt den Zylinder langsam auf dem Tische zu drehen, so daß er fortwährend schwache Erschütterungen erleidet. Sobald das Aräometer nicht mehr sinkt, liest man ab. Man kann so mittels einer in Zehntelgrade geteilten Spindel das spezifische Gewicht bis auf 0,1 bis 0,3 Bé dem durch direktes Wägen gefundenen annähern. Bei dünner Kalkmilch ist die gleiche Behandlung nicht notwendig, vielmehr ist schnell abzulesen, weil sonst wegen Absetzen des Kalkes ein zu niedriger Grad gefunden wird.

F. Bestimmung der Magnesia.

Man mißt 200 ccm (= 1,6 g Scheidekalk) des bei D erhaltenen Filtrats mittels Pipette ab und verfährt zur Fällung der Magnesia genau nach der Vorschrift unter IV F (S. 334). Den Betrag des als pyrophosphorsaures Magnesium gewogenen Niederschlages multipliziert man mit dem Faktor 0,3622, erhält dadurch den Betrag des in 0,96 g Scheidekalk enthalten gewesenen Magnesiumoxyds und berechnet daraus in bekannter Weise den Prozentgehalt [1]).

---

[1]) Für eine „schneller auszuführende Bestimmung der Magnesia bei der Kalksteinanalyse" gibt Herzfeld (Zeitschrift 1896, S. 284) nachstehende Vorschrift:

„a) Qualitative Bestimmung der Magnesia im Kalkstein. Etwa 0,5 g des gebrannten Kalksteines werden in einer kleinen Porzellanschale in konzentrierter Salzsäure gelöst, darauf zur Kieselsäureabscheidung unter Umschwenken über freier Flamme zum Trocknen verdampft, mit einigen Tropfen Salzsäure aufgenommen, mit Wasser auf etwa 10 ccm verdünnt, unter Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure aufgekocht und darauf so viel präzipitierter kohlensaurer Kalk zugegeben, daß etwa eine Messerspitze davon ungelöst bleibt. Darauf wird aufgekocht, in ein Reagenzglas filtriert, klares Kalkwasser zum Filtrat gegeben, bis das Gläschen nahezu angefüllt ist, mit einem Kautschukstopfen verschlossen und durchgeschüttelt. Ist viel Magnesia zugegen, so stellt sich sofort, bei Anwesenheit geringer Mengen nach einigen Minuten ein Niederschlag ein.

b) Quantitative Methode der Magnesiumbestimmung im Kalkstein. Es wird eine abgewogene Menge Substanz verwendet und zunächst wie bei der qualitativen Methode verfahren. Das Filtrat von Eisenoxyd und Tonerde versetzt man in einem passenden Gefäß mit überschüssigem Kalkwasser. Man füllt das Gefäß bis an den Rand und verschließt es gleichfalls dicht, schüttelt um, filtriert nach einiger Zeit den Niederschlag ab oder läßt ihn sich absetzen, dekantiert und wäscht einmal mit Wasser durch Dekantieren nach, löst den Niederschlag in wenig Salzsäure, neutralisiert, fällt Spuren von Kalk als Oxalat und im Filtrat in bekannter Weise die Magnesia, um sie alsdann als Pyrophosphat zu wägen."

G. Bestimmung der Alkalien.

Siehe unter IV G (S. 334).

H. Bestimmung der Kohlensäure.

Hat sich bei der qualitativen Vorprüfung ein Gehalt an kohlensaurem Calcium im Scheidekalk herausgestellt, so bestimmt man die Kohlensäure mittels des Geißlerschen Apparates (Fig. 110, S. 299). Man verwendet 2 bis 3 g Kalkpulver, läßt nach dem Wasserzusatz und dem dadurch erfolgenden Erwärmen völlig erkalten und setzt den Apparat erst dann zusammen. Die Bestimmung führt man genau nach den dort gegebenen Vorschriften aus.

Ist, was bei richtig und frisch gebranntem Kalk sehr selten vorkommen wird, der Gehalt an Kohlensäure ein so erheblicher, daß er in der Aufstellung der Untersuchungsergebnisse berücksichtigt werden muß, so rechnet man ihn zunächst mittels des Faktors 2,2748 auf kohlensaures Calcium um. Von der so erhaltenen Zahl bringt man das Gewicht der Kohlensäure in Abzug und erhält als Rest denjenigen Betrag an Calciumoxyd, welcher in Form von Karbonat zugegen war, und somit von dem unter E a) ermittelten Ätzkalkgehalt abzusetzen ist, da die dort gefundenen Zahlen dem Gesamtkalkgehalt entsprechen.

Beispiel. 2,5 g Kalkpulver sind im Kohlensäureapparat zersetzt worden.

Apparat vor der Gasentwickelung . .	90,527 g,
„ nach „ „ . .	90,507 g,
Kohlensäure . .	0,020 g.

$$2{,}5 : 0{,}020 = 100 : x,$$
$$x = 0{,}80 \text{ Proz. Kohlensäure},$$

woraus sich:

$$0{,}8 \times 2{,}2748 = 1{,}819 \text{ Proz. kohlensaures Calcium}$$

berechnen. Diesem Gehalt entspricht

$$1{,}819 - 0{,}80 = 1{,}019 \text{ g Calciumoxyd},$$

welches von der oben nach E a) (S. 332) ermittelten Menge des Gesamtkalks abzusetzen ist, wonach schließlich

$$\begin{array}{r} 84{,}48 \\ -\ 1{,}02 \\ \hline 83{,}46 \end{array} \text{ Proz. Calciumoxyd oder Ätzkalk}$$

in dem untersuchten Scheidekalk verbleiben.

Die nach den beschriebenen Methoden erhaltenen Zahlenwerte stellt man in folgender Weise zusammen:

„Der untersuchte Scheidekalk enthielt:

83,46	Proz.	Calciumoxyd (Ätzkalk),
4,56	„	Kieselsäure,
1,46	„	Sand,
2,11	„	Eisenoxyd und Tonerde,
2,22	„	Magnesiumoxyd (Magnesia),
0,62	„	schwefelsaures Calcium (Gips),
0,11	„	Kaliumoxyd (Ätzkali),
1,82	„	kohlensaures Calcium,
3,54	„	Hydratwasser,
0,10	„	Rest und Verlust,
100,00	Proz.“	

VI.

Saturationsgas.

Die Entkalkung der geschiedenen Säfte wird in den Zuckerfabriken durch den sog. Saturationsprozeß, und zwar zumeist durch Behandlung der heißen Flüssigkeiten mit Kohlensäure (CO_2) bewerkstelligt. Der größte Teil des in Form von löslichem Zuckerkalk (Calciumsaccharat) im Safte enthaltenen Kalkes wird dadurch als unlösliches kohlensaures Calcium ausgeschieden.

In vielen Rohzuckerfabriken verwendet man auch neben oder nach der Kohlensäure die gasförmige schweflige Säure (SO_2) zur Saturation. Sie fällt den Kalk des im Saft gelösten Zuckerkalks als unlöslichen schwefligsauren Kalk (Calciumsulfit) und wirkt außerdem zerstörend und bleichend auf gewisse im Saft enthaltene Farbstoffe. Sie verdankt ihre Anwendung wohl zumeist dieser letzteren Eigenschaft.

Man erzeugt die benötigte Kohlensäure unter gleichzeitiger Gewinnung von Scheidekalk, durch Brennen von Kalkstein (Calciumkarbonat), der dabei in gasförmig entweichende Kohlensäure und in Calciumoxyd zerfällt. Neben einem tunlichst niedrig zu haltenden Anteile von atmosphärischer Luft führt dieses Kohlensäuregas der Kalköfen bisweilen geringe Mengen schwefliger Säure — aus der zum Brennen verwendeten Kohle herrührend — und in seltenen Fällen, nämlich bei unzulänglicher Verbrennung wegen mangelhaften Luftzutritts, Spuren von Schwefelwasserstoffgas und Kohlenoxydgas als schädliche und möglichst zu vermeidende Verunreinigungen mit sich. Der Wirkungswert dieses Saturationsgases ist durch den Gehalt an Kohlensäure bedingt, welcher je nach der Darstellungsweise und nach der Einrichtung der Ofenanlagen sehr verschieden sein kann.

Das Schwefligsäureanhydrid oder Schwefeldioxyd (SO_2), gewöhnlich „schweflige Säure" genannt, wird entweder in den Zuckerfabriken selbst durch Verbrennung von Schwefel in dem bekannten Schwefelofen erzeugt oder, durch Druck und starke Abkühlung verdichtet, als „flüssige schweflige Säure" in eisernen, auf etwa 50 Atmosphären Überdruck geprüften Flaschen oder größeren Zylindern im Handel bezogen.

Dieses infolge der einfachen Wiedervergasung der flüssigen Säure durch Druckverminderung erhaltene Saturationsgas [1]) ist dementsprechend fast rein und somit wirksamer, als das aus dem Schwefelofen gepumpte Gas, welches neben dem Verbrennungsprodukt des Schwefels naturgemäß mit mehr oder weniger atmosphärischer Luft und dem bei der Verbrennung derselben zurückbleibenden Stickstoffgase gemischt ist.

Die Probeentnahme des Gases zum Zwecke der Untersuchung geschieht gewöhnlich aus der Druckleitung, entweder an einer Saturationsstation in der Fabrik oder zweckmäßiger aus einer Abzweigung dieser Leitung, welche in das Laboratorium geführt worden ist. Den betreffenden „Probehahn“ versieht man mit einem längeren Gummischlauch.

Fig. 116.

Liegt Veranlassung vor, die Kohlensäure schon dem Kalkofen selbst zu entnehmen, so versieht man den oberen Verschlußdeckel desselben mit einem Loch und führt durch dieses ein dünnes, eisernes Saugrohr ein, durch welches das Gas auszutreten vermag. Den im Loch neben dem Saugrohr freibleibenden Raum verstreicht man sorgfältig mit nassem Lehm, um durch luftdichten Abschluß einen Zutritt von atmosphärischer Luft zu verhindern.

Zur Aufnahme des Gases an dieser Stelle oder an der Saturationsstation eignet sich am besten der nebenstehend abgebildete, leicht tragbare Aspirator, Fig. 116. Derselbe besteht aus zwei ganz gleichen, je 10 bis 15 Liter fassenden Blechgefäßen *A* und *B*, welche durch das Hahnrohr *C* verbunden und deren Öffnungen mittels zweier Gummistopfen geschlossen sind, welche in ihrer Durchbohrung je ein ganz in das Gefäß hinabreichendes, unten, wie die Zeichnung andeutet, seitlich gebogenes Glasrohr tragen. Zwei an den Glasröhren befestigte Gummischläuche *a* und *b* vermitteln die weiter herzustellenden Verbindungen, drei starke Eisenschienen geben dem ganzen Apparat den nötigen Halt und dienen zur Aufstellung desselben.

Zum Zweck der Probenahme füllt man zunächst das Gefäß *A* nach Abnahme des Gummistopfens und der Glasröhre und bei geschlossenem Hahn *C* völlig mit Wasser. *B* bleibt leer. Nachdem man Stopfen und Röhre wieder fest eingesetzt hat, verbindet man *a* mit der Leitung, welche das Saturationsgas hinzuführt, und öffnet den Hahn *C*. Durch das nach *B* ausströmende Wasser wird nunmehr das Gas angesaugt und *A* vollständig damit gefüllt. Sobald Wasser bei *b* austritt, dreht man *C* ab, schließt *a* und *b* durch Quetschhähne und stellt den ganzen

[1]) Der Siedepunkt der flüssigen schwefligen Säure liegt bei — 8° C.

Apparat derart um, daß das jetzt mit Wasser gefüllte Gefäß *B* sich oben befindet.

Nachdem man den Aspirator in das Laboratorium gebracht, kann nunmehr durch Öffnen von *C* und *b* das in *A* befindliche Saturationsgas mittels einer geeigneten, bei *a* angebrachten Schlauchverbindung mit Leichtigkeit in die Untersuchungsapparate gedrückt werden.

Die einmalige Füllung des Gefäßes *A* mit Wasser genügt, wie ersichtlich, zum fortwährenden Gebrauch des Apparates; wegen der Löslichkeit der Kohlensäure in Wasser ist es erforderlich, die erste Füllung längere Zeit und unter häufigem Umschütteln mit dem Gase in Berührung zu lassen, um dasselbe mit Kohlensäure zu sättigen. Der große Fassungsraum der Gefäße *A* und *B* ermöglicht zugleich die Entnahme einer reichlichen, der durchschnittlichen Zusammensetzung entsprechenden Gasmenge.

1. Kohlensäure.

A. Bestimmung des Kohlensäuregehaltes.

Die beiden nachstehend beschriebenen Methoden beruhen darauf, daß in einem abgemessenen Volumen des zu prüfenden Gasgemisches eine völlige Bindung der vorhandenen gasförmigen Kohlensäure vermittelst Kali- oder Natronlauge bewirkt wird. Ihre Menge entspricht der dadurch hervorgerufenen Verringerung des ursprünglichen Volumens.

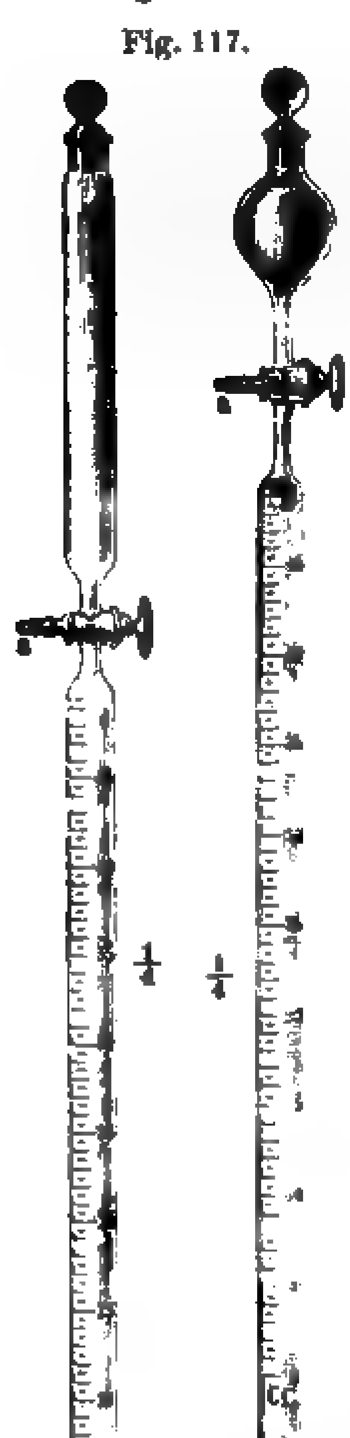
Der einfachste Apparat, welcher die Ausführung dieser Bestimmung mit hinreichender Genauigkeit in sehr kurzer Zeit gestattet, ist der ursprünglich und in einfacherer Form von Stammer[1]) angegebene, die später verbesserte „Stammersche Röhre“.

Der Apparat, welchen in seiner brauchbarsten Form die Figuren 117 und 118 zeigen, besteht aus einer 15 mm weiten, in 50 gleiche Teile geteilten Meßröhre, deren oberes Ende durch einen Glashahn *a*, einen „Zweiweghahn“, verschließbar ist, und über demselben ein kleines, mit eingeschliffenem Stopfen versehenes, kugelförmiges oder auch längliches Gefäß trägt. Bei Untersuchung von Saturationsgas stellt man die Röhre in einen hohen, mit Wasser gefüllten, weiten Glaszylinder, verbindet bei Entnahme des Gases aus der Fabrikleitung den Schlauch des Probehahns mit dem seitlichen Rohransatz des Glashahns *a* und läßt das Gas bei seitlich geöffnetem Glashahn einige Minuten lang die Röhre und ihr Sperrwasser durchströmen. Nach Schluß des Glashahns ist sie völlig mit Gas gefüllt, worauf man nach Entfernung des Schlauches durch vorsichtiges seitliches Öffnen des Hahns und gleichzeitiges Heben der Röhre bis zum Nullpunkte der Teilung noch so viel Gas entweichen läßt, bis das im Innern der Röhre aufsteigende Wasser den Nullpunkt erreicht, und die Röhre somit ohne jeden Überdruck genau

[1]) Stammer, Zuckerfabrikation, S. 406.

50 Raumteile Saturationsgas neben einigen Cubikcentimetern Wasser enthält. Dann schließt man den Glashahn ganz und bringt in das obere Glasgefäß etwa 20 ccm einer Kalilauge von 1,25 bis 1,30 spez. Gew., öffnet den Hahn *a* ein wenig nach oben und läßt einen kleinen Anteil der Lauge in die Röhre hineintreten. Sie absorbiert und bindet die Kohlensäure fast augenblicklich, es entsteht infolgedessen ein luftverdünnter Raum in der Röhre, das Wasser steigt sofort in die Höhe, genau den Raum der absorbierten Kohlensäure einnehmend. Der nicht von der Kalilauge absorbierte Anteil ist die beigemengte atmosphärische Luft. Hebt man nun die Röhre so weit aus dem Wasser, daß der innere Stand der Flüssigkeit sich etwas höher befindet als der äußere, und öffnet abermals vorsichtig den Glashahn *a* nach oben, so tritt eine neue Menge Kalilauge ein. Man verschließt dann unter Wasser die untere Öffnung der Röhre mit dem Finger der einen Hand, sichert mit der anderen Hand den Verschluß des oberen Glasgefäßes, schüttelt den Inhalt der Röhre behufs vollständiger Absorption einige Male kräftig durch und bringt die Röhre in den Zylinder zurück, in welchem sie eine Zeitlang, zur Ausgleichung der Temperatur ganz von Wasser umgeben, stehen bleibt.

Fig. 117. Fig. 118.



Man liest den Wasserstand in der Röhre an der Teilung derselben (welche noch Zehntel zu bestimmen gestattet) ab, indem man zur Ausgleichung des Luftdruckes die Röhre genau so weit hebt, daß die innere und äußere Wasseroberfläche in gleicher Höhe sich befinden. Die gefundene Zahl ergibt, verdoppelt (da man 50 Raumteile Gas zur Untersuchung nahm), den **Prozentgehalt des Saturationsgases an Kohlensäure.**

Weniger einfach in Einrichtung und Gebrauchsweise, jedoch angenehmer und sicherer ist der von Scheibler[1]) zusammengestellte Apparat, Fig. 119, dessen Beschreibung wir mit Scheiblers eigenen Worten nachstehend folgen lassen[2]).

„Der in Fig. 119 abgebildete Apparat besteht aus zwei kalibrierten Glasröhren *nn'* und *rou*, welche beide von einem Glasgehäuse umgeben

Fig. 119.

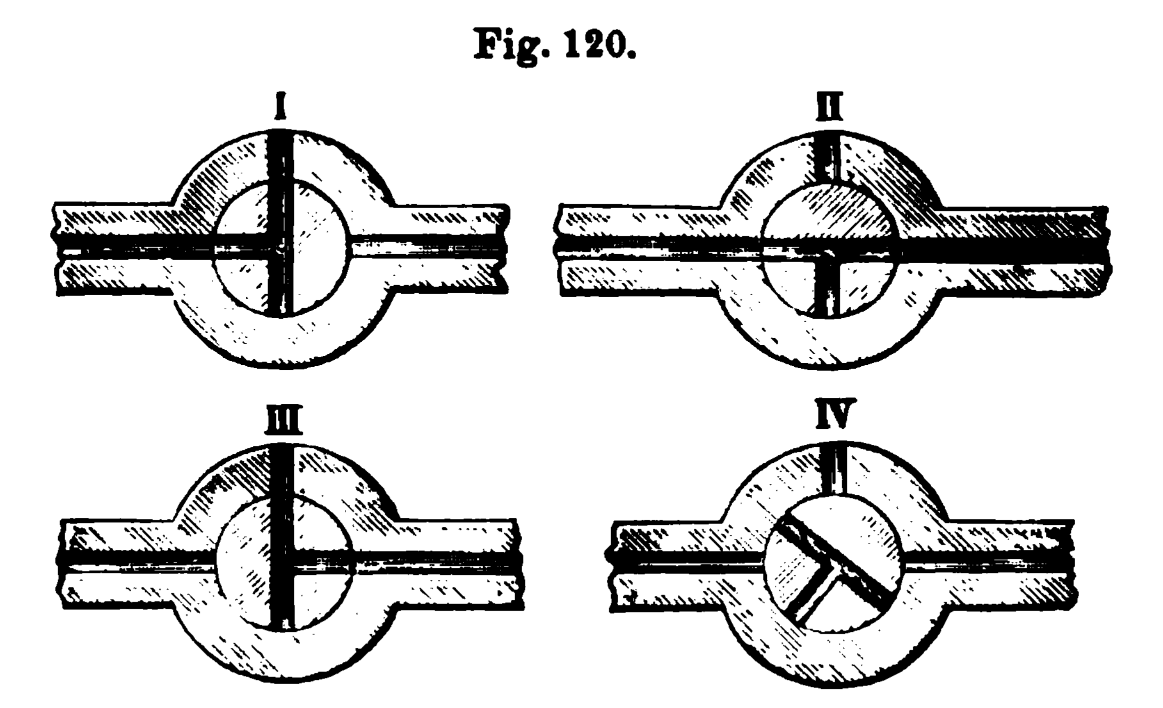
sind. Diese Glasumhüllung dient dazu, um beide Röhren gegen durch Luftströmungen bedingte Temperaturwechsel während der Versuche möglichst zu schützen.

[1]) Zeitschrift 1866, S. 644.

[2]) Anleitung zum Gebrauch des Apparates zur quantitativen volumetrischen Bestimmung der in den Saturationsgasen enthaltenen Kohlensäure von Dr. C. Scheibler.

Die Röhre nn' (Meßröhre) stellt eine Vollpipette dar, welche zwischen ihren dem Glase aufgeätzten Marken n und n' genau 100 ccm Inhalt besitzt; sie dient zum Abmessen des zu prüfenden Saturationsgases. Die andere zweischenkelige Röhre *rou* (Absorptionsröhre) faßt in dem Schenkel linker Hand zwischen den eingeätzten Punkten r und o ebenfalls genau 100 ccm und ist von o an nach aufwärts, bis zu dem angesetzten erweiterten Zylinder, in 40 ccm (mit Unterabteilungen von je $^1/_5$ ccm) geteilt, was genügt, da erfahrungsgemäß der Kohlensäuregehalt der gewöhnlichen Saturationsgase 40 Volumprozente nie übersteigt. Der Schenkel u rechter Hand ist ein gerades, ungeteiltes, oben offenes Glasrohr; es dient als Druckregulator, um ein in dem Schenkel *ro* eingeschlossenes Gas unter dem Drucke des Barometerstandes abmessen zu können. Beide Röhren nn' und *rou* führen mit ihren unteren Enden mittels Kautschukverbindungen, welche Quetschhähne

Fig. 120.



besitzen, in die zweihalsigen Flaschen C und B, und zwar bis auf die Böden derselben. Diese Flaschen bilden die verschlossenen Behälter für die in Anwendung kommenden Flüssigkeiten, und zwar ist die mit der Vollpipette nn' in Verbindung stehende Flasche C mit Wasser, welches vorher ein für allemal mit Kohlensäure gesättigt ist[1]), gefüllt, während die mit der U-förmigen Röhre *rou* verbundene Flasche B eine starke Kalilauge von 1,25 bis 1,30 spez. Gew. enthält. Die genannten Flüssigkeiten werden durch die nach vorn gerichteten, mit Kautschukstopfen verschließbaren Tubulaturen der beiden Woulfschen Flaschen B und C eingefüllt.

Die oberen Enden n und r der beiden kalibrierten Meßröhren sind mit zwei Ausgängen eines am oberen Teile des Holzstativs befestigten

---

[1]) „Das hierzu erforderliche kohlensaure Wasser bereitet man sich in der Weise, daß man durch eine genügende Menge von destilliertem oder Regenwasser einige Zeit hindurch Kohlensäure (aus Kreide und Salzsäure entwickelt) oder gewöhnliches Saturationsgas leitet. Statt kohlensäuregesättigten Wassers eine gesättigte Kochsalzlösung anzuwenden, ist nicht anzuraten, da letztere keineswegs die Kohlensäure unabsorbiert läßt."

dreischenkeligen Metallrohres dicht verbunden, welches die Hähne *a* und *b* besitzt. Der letztgenannte Hahn *b* ist ein sog. Dreiweghahn, dessen verschiedene Stellungen (welche an derjenigen des Hahnwirbels erkennbar sind) in Fig. 120, *I*, *II*, *III*, *IV* sich besonders abgebildet finden. Bei der Hahnstellung *I* steht die Vollpipette *nn'* mit der äußeren Luft (durch eine obere freie Ausgangsöffnung im Hahn) in Verbindung; bei der Stellung *II* kommunizieren die Röhren *nn'* und *rou* miteinander, während die obere Ausgangsöffnung verschlossen ist, und bei der Stellung *III* steht der Schenkel *ro* der U-förmigen Röhre *rou* mit der äußeren Atmosphäre in Verbindung. Gibt man endlich dem Hahnwirbel die in der Stellung *IV* angegebene Drehung von 45 Grad Neigung, so sind alle Verbindungen gegeneinander abgeschlossen. Der dritte Ausgang des oben befestigten Metallrohres, der den Hahn *a* trägt, ist mit einem Gummischlauch *s* verbunden, welcher die Bestimmung hat, das zu untersuchende kohlensäurehaltende Gas in die Vollpipette *nn'* zu führen. Das freie Ende dieses Schlauches *s* wird mit einem Gasauslaßhahn verbunden, der am zweckmäßigsten hinter der Kohlensäurepumpe an der Leitung nach den Saturationsgefäßen angebracht ist, woselbst dann auch der ganze Apparat seinen dauernden Stand bekommt. Da das Saturationsgas hinter der Pumpe bekanntlich unter Druck steht, so ist es zweckmäßig, dasselbe beim Nichtgebrauche des Apparates durch den Schlauch *s* und durch den Dreiweghahn in der Stellung *I* fortdauernd austreten zu lassen; man hat alsdann bei Anstellung eines Versuches jederzeit von dem kurz vorher erzeugten Gase zur Untersuchung vor sich, d. h. die Zuleitungsröhren sind damit gefüllt. Der hierdurch bedingte kleine Verlust an Saturationsgas, durch dauernde Ausströmung beim Dreiweghahn, kann nicht in Betracht kommen.

Um die Röhren *nn'* und *rou* beziehentlich mit den in Flaschen *B* und *C* befindlichen Flüssigkeiten bequem füllen zu können, dient eine Kautschukkugel *K*, welche durch Kautschukröhren mit den Flaschen *B* und *C* in Verbindung steht. Drückt man diese Kugel mit der Hand zusammen, während man die kleine Öffnung *l* auf derselben mit dem Daumen verschlossen hält, so befindet sich die Luft in beiden Flaschen *B* und *C* unter Druck, und die darin enthaltenen Flüssigkeiten werden in die Röhren *nn'* oder *rou* aufsteigen, sobald man den Quetschhahn *c* oder *d* öffnet. Die Entleerung dieser Röhren erfolgt begreiflich ohne Mithilfe der Kugel *K* durch einfaches Ablaufenlassen beim Öffnen der Quetschhähne *c* und *d*.

Die Bestimmung der Kohlensäuremenge in einem Saturationsgase geschieht nun mittels dieses Apparates folgenderweise:

Man füllt zunächst die beiden Röhren *nn'* und *rou* mit den betreffenden, in den Flaschen *C* und *B* befindlichen Flüssigkeiten genau bis zu den Marken *n* und *r* mit Hilfe der Kugel *K* nacheinander an. Zu dem Ende (beispielsweise um die Vollpipette *nn'* zu füllen) schließt

man den Hahn *a*, gibt dem Dreiweghahn die Stellung *I*, öffnet den unteren Quetschhahn *c* und drückt mit der Hand die Kautschukkugel *K* zusammen, wodurch die Flüssigkeit in die Röhre *nn'* tritt, diese von unten nach oben allmählich anfüllend; sobald dann der Flüssigkeitsstand in der Röhre genau die Marke *n* erreicht hat, schließt man den

Fig. 121.

Hahn *c* (oder man kann auch die Flüssigkeit etwas über die Marke *n* hinausdrücken, bevor man den Quetschhahn *c* schließt, um dann durch leises Lüften desselben die Flüssigkeit bis zur Marke wieder abfließen zu lassen). In gleicher Weise füllt man die zweischenkelige Röhre *rou* bis zur Marke *r* genau mit Kalilauge an, indem man dem Dreiweghahn die Stellung *III* erteilt, den Quetschhahn *d* öffnet und die Kugel *K* zusammenpreßt. Demnächst geht man an die Einfüllung des zu prüfenden Gases in die Vollpipette *nn'*. Zu dem Ende öffnet man den an der

Leitung angebrachten Haupthahn sowie den Hahn *a*, gibt dem Dreiweghahn *b* die Stellung *I* und läßt so lange Gas durch den Kautschukschlauch *s* hindurch bei *b* in die Atmosphäre austreten, bis man sicher sein kann, daß der Schlauch *s* sowohl wie die obere Metallröhre bei *a* und *b* mit dem Gase erfüllt sind. Um jedoch sicher zu sein, daß auch in der Glasröhre *nn'* oberhalb der Marke *n* alle Luft ausgetrieben ist, füllt man diese Röhre ein- oder zweimal mit dem Saturationsgase an, um dasselbe durch die obere Auslaßöffnung am Dreiweghahn wieder auszublasen, was wie folgt geschieht: Man schließt nämlich den Dreiweghahn (durch Schrägstellung *IV*) und öffnet bei offen stehendem Hahn *a* den unteren Quetschhahn *c*, worauf sich die Röhre *nn'* von selbst mit Gas anfüllt; alsdann schließt man *a*, öffnet den Dreiweghahn *b* (Stellung *I*) und preßt die Kugel *K* zusammen, damit das Gas in die Luft entweichen kann. Ist dies, wie bemerkt, etwa zweimal geschehen, so kann der eigentliche Versuch beginnen.

Man schließt zu dem Ende den Dreiweghahn (durch Schrägstellung *IV*), öffnet *a* und *c* und läßt so viel des zu prüfenden Gases in die Röhre *nn'* einströmen, daß nicht allein diese selbst, sondern auch noch die unterhalb *n'* angeblasene kleine Glaskugel damit angefüllt ist, die Sperrflüssigkeit mithin unterhalb dieser Glaskugel steht. Alsdann schließt man den Hahn *a* völlig ab und drückt durch Zusammenpressen der Kautschukkugel *K*, bei offenem Hahn *c*, die Sperrflüssigkeit genau bis zur Marke *n'* (oder etwas darüber hinaus, um den Überschuß ablaufen zu lassen) in die Höhe und schließt alsdann auch den Hahn *c*. Infolge dieser letzteren Operation ist das in der Röhre *nn'* eingeschlossene Gas um das Volumen der Glaskugel verdichtet und es genügt alsdann, den Dreiweghahn *b* nur auf die Dauer von ein bis zwei Sekunden zu öffnen, um den Gasüberschuß aus der Röhre *nn'* in die Atmosphäre austreten zu lassen, d. h. das in der Röhre *nn'* befindliche Gas mit dem gerade herrschenden Barometerstande in Übereinstimmung zu setzen[1]). Ist dies geschehen, so gibt man dem Dreiweghahn die Stellung *II*, wodurch die Röhre *nn'* in Kommunikation tritt mit der vorher bis genau zur Marke *r* mit Kalilauge angefüllten Röhre *rou*. Man läßt nun durch Öffnen des Quetschhahns *d* die in dem Rohrschenkel *u* befindliche Kalilauge fast vollständig abfließen, um so Raum zu gewinnen für die Hinüberdrückung des in der Pipette befindlichen Saturationsgases. Ist dies geschehen, so drückt man bei geöffnetem Quetschhahn *c* so viel des in *nn'* befindlichen Gases in die Röhre *rou'* hinüber, als das Steigen der Kalilauge in dem Schenkel *u* gestattet, ohne Überfließen derselben, läßt hierauf das Gas wieder nach *nn'* zurücktreten usw., d. h. man versetzt durch Drücken und Loslassen der Kugel *K* die Kalilauge in der Röhre *u* in

[1]) „Dies ist für die Genauigkeit der Messung durchaus erforderlich, zu welchem Endzwecke denn auch die eine Verdichtung des Gases ermöglichende kleine Glaskugel unterhalb *n'* angeblasen ist."

eine etwa 10- bis 12mal wiederholt auf- und niedersteigende Bewegung, wodurch die Absorption der Kohlensäure in dem Schenkel *ro* wesentlich beschleunigt wird[1]). Schließlich drückt man dann alles Gas genau bis zur Marke *n* in das Absorptionsrohr *ro* hinüber, schließt den Quetschhahn *c*, stellt die Kalilauge in beiden Schenkeln der Röhre *rou* nunmehr völlig auf gleiche Höhe ein (durch Abfließenlassen oder Einpressen von Kalilauge durch den Hahn *d*), schließt demnächst auch den Dreiweghahn *b* (durch Schrägstellung) und liest zuletzt den Stand der Kalilauge an der Skala der geteilten Röhre nach einigem Abwarten ab, nachdem man vorher, wenn nötig, nochmals die Oberfläche der Kalilauge in beiden Schenkeln genau gleichgestellt hat. Die an der Skala abgelesene Zahl drückt dann sofort, ohne weitere Korrektion, den Kohlensäuregehalt des untersuchten Gases in Volumprozenten aus."

B. Prüfung auf schweflige Säure.

Behufs Erkennung der schwefligen Säure im Saturationsgase läßt man dasselbe mittels des am Probehahn befindlichen Gummischlauches einige Zeitlang durch einen sehr dünnflüssigen Stärkekleister strömen, welcher durch Zusatz einer Auflösung von Jod in wässeriger Jodkaliumlösung blau gefärbt ist. Bei Anwesenheit geringster Mengen schwefliger Säure findet eine allmähliche Entfärbung der Flüssigkeit statt.

C. Prüfung auf Schwefelwasserstoffgas.

Da gasförmige schweflige Säure und Schwefelwasserstoffgas nebeneinander nicht bestehen können, sondern sich gegenseitig zersetzen[2]), so ist, wenn Anwesenheit von schwefliger Säure nachgewiesen werden konnte, damit ein Gehalt von Schwefelwasserstoffgas ausgeschlossen.

Bei Abwesenheit von schwefliger Säure geschieht die Prüfung des Saturationsgases auf einen Gehalt an Schwefelwasserstoff, abgesehen von dem nicht zu verkennenden Geruch desselben, mittels eines feuchten, mit Bleiessig getränkten Papierstreifens, welchen man eine kurze Zeit mit dem ausströmenden Gase in Berührung läßt. Bei Anwesenheit von Schwefelwasserstoff färbt sich derselbe durch Bildung von Schwefelblei bräunlich bis schwarz.

2. Schweflige Säure.

Die Feststellung des Säuregehaltes in diesem Saturationsgase beruht auf derselben chemischen Reaktion, wie sie bei der Bestimmung der Kohlensäure angewandt wird; man bringt zu einer abgemessenen

---

[1]) „Hierbei hat man begreiflich nur Sorge zu tragen, daß die Kalilauge in *u* nicht zu tief sinkt, wodurch atmosphärische Luft in den Schenkel *or* von unten eintreten und der Versuch mißlingen würde."

[2]) $SO_2 + 2\,H_2S = 2\,H_2O + 2\,S$.

Menge des Gases Kalilauge, welche die Säure zu einem in Wasser leicht löslichen Kaliumsulfit bindet und ermittelt dann die dadurch hervorgerufene Verminderung des anfänglich abgemessenen Volumens, welche dem Gehalt desselben an Schwefligsäuregas entspricht.

Der zu dieser Bestimmung dienende Apparat ist im wesentlichen die auch unter 1 A (Fig. 117) benutzte Meßröhre, jedoch nötigt die große Löslichkeit des Schwefligsäuregases in Wasser zu einer Änderung sowohl der Röhre als auch des dort eingeschlagenen Verfahrens.

Die Meßröhre für diesen Zweck erhält an ihrem unteren Ende einen dem oberen Hahn *A* ganz gleichen Zweiweghahn *B* (Fig. 122), welcher

zugleich den Ansatz c zur Anbringung eines längeren Gummischlauches trägt, der die Röhre mit der wassergefüllten Druckflasche D verbindet. Die Röhre selbst wird in einen geeigneten Halter festgeklemmt.

Zur Ausführung des Versuches stellt man zunächst den Hahn A so, daß vermittelst der betreffenden Bohrung des Hahns der Innenraum der völlig trockenen Röhre mit der Außenluft in Verbindung steht und füllt das Gefäß K mit Kali- oder Natronlauge (vom ungefähren spez. Gew. 1,25). Man stellt darauf den Hahn B derart, daß seine Verbindung von b nach c und damit nach der Flasche D offen ist, hebt letztere etwas in die Höhe, öffnet den Quetschhahn Q und füllt dadurch den Gummischlauch bis zum Hahn mit Wasser. Sobald dasselbe bei b austritt, schließt man Q, setzt die Flasche aus der Hand und stellt den Hahn B, genau wie A, auf Verbindung des Innenraums der Röhre mit der Außenluft.

Nachdem man nun den am Probehahn der Leitung für das Schwefligsäuregas befindlichen Schlauch mit a verbunden hat, öffnet man den Zutritt des Gases und läßt dasselbe so lange bei a eintreten und bei b entweichen, bis man mit Sicherheit annehmen darf, daß die atmosphärische Luft völlig ausgetrieben und die Röhre nur mit Schwefligsäuregas angefüllt ist. War das Gas warm, so schließt man darauf die Röhre unten durch eine Vierteldrehung des Hahns B und läßt ihren Inhalt völlig auf die Außentemperatur erkalten, schließt dann auch die Röhre bei A sowie den Probehahn und entfernt den Zuleitungsschlauch von a.

Durch ein ganz kurz vorübergehendes Öffnen von B nach außen hebt man einen im Innern der Röhre etwa entstandenen Überdruck auf, schließt die Röhre sofort auch hier wieder und läßt nunmehr, nachdem der Stopfen von K abgenommen, durch vorsichtiges Drehen von A Lauge in die Röhre eintreten. Die sofort vor sich gehende Bindung der schwefligen Säure unterstützt man derart, daß der Apparat aus dem Halter herausgenommen und nach Verschluß des Gefäßes K der Röhreninhalt einige Male durchgeschüttelt wird. Man spannt dann die Röhre wieder in die Klemme, öffnet Q und durch geeignete Drehung von B die Verbindung der Röhre mit der Flasche D, aus welcher sofort eine dem vorhanden gewesenen Volumen schwefliger Säure entsprechende Menge Wasser in die Röhre eingesaugt wird.

Damit ist der Versuch beendet; man läßt 10 bis 15 Minuten verstreichen, um einen Ausgleich zwischen der Innen- und Außentemperatur des Apparates und seines Inhaltes eintreten zu lassen, hebt die Druckflasche D, unmittelbar an der Röhre anliegend, so hoch, daß die beiden Flüssigkeitsoberflächen in Röhre und Druckflasche genau in einer Linie liegen und liest ab.

Da die Röhre 50 ccm Gas faßte, so ist die abgelesene Zahl, verdoppelt, gleich dem Prozentgehalt des Saturationsgases an schwefliger Säure.

Die Überwachung des Kalkofenbetriebes mit Rücksicht auf die zur möglichsten Ausnutzung der Materialien erforderliche Luftzuführung macht es notwendig, die Untersuchung der zur Saturation dienenden Ofengase nicht auf die Bestimmung der erzeugten Kohlensäure allein zu beschränken, sondern auch die Bestimmung des Gehaltes an noch freiem Sauerstoffgase und an etwa vorhandenem Kohlenoxydgase hinzuzufügen. Es dient hierzu der Apparat zur Untersuchung der Rauchgase von Orsat. Die ausführliche Gebrauchsanweisung desselben auch für den vorliegenden Fall findet sich im Abschnitt: XI. „Rauch und Ofengase“.

VII.

Soda.

Das unter dem Namen **Soda** im Handel gehende Natriumkarbonat findet Anwendung in der Zuckerindustrie zur Entfernung von organischen Stoffen und von schwefelsaurem Calcium aus der Knochenkohle. Man kocht zu diesem Zwecke die Kohle mit einer verdünnten Sodalösung aus, wobei im ersteren Falle die organische Substanz zerstört und unter Bräunung der Flüssigkeit in Lösung gebracht wird, während im anderen Falle eine Umsetzung von kohlensaurem Natrium und schwefelsaurem Kalk in der Art stattfindet, daß kohlensaures Calcium und schwefelsaures Natrium entstehen, von denen das letztere, leicht in Wasser löslich, ausgewaschen, das erstere demnächst durch eine Behandlung mit Salzsäure entfernt werden kann [1]).

Die gleiche chemische Umsetzung findet statt, wo man Soda zur Reinigung des zur Speisung der Dampfkessel gebrauchten gipshaltigen Wassers benutzt (S. 326).

Die bisweilen in den Säften sich anhäufenden Kalksalze organischer Säuren, der Asparaginsäure, Glutaminsäure u. a., wirken bekanntlich ungünstig auf die Kristallisation des Zuckers in den Kochapparaten ein. Man kann diesem Übelstande durch Zuführung von Natriumkarbonat begegnen. Die organischen Säuren jener Kalksalze treten dabei an das Natrium und bilden Verbindungen, welche die oben erwähnten, störenden Eigenschaften nicht besitzen, während der Kalk als Karbonat ausgeschieden wird.

Im Handel unterscheidet man **kristallisierte** und **calcinierte Soda**; jene enthält in großen, farblosen Kristallen etwa 63 Proz. (10 Mol.) Kristallwasser, während diese, durch Anwendung von Hitze entwässert, ein weißes, pulveriges, wasserfreies oder doch wasserarmes Salz darstellt.

Den **Handelswert** der Soda bedingt ausschließlich ihr **Gehalt an kohlensaurem Natrium**, sie enthält häufig daneben geringe Mengen anderer Salze und sonstige Verunreinigungen.

Die technischen Gewerbe, so auch die Zuckerfabrikation, verwenden nur calcinierte Soda.

---

[1]) $CaSO_4 + Na_2CO_3 = CaCO_3 + Na_2SO_4$.

In der nach dem älteren — Leblancschen — Verfahren dargestellten Soda, welche durch Erhitzen eines Natriumsulfates mit Calciumkarbonat und Kohle erhalten wird, finden sich häufig kleine Mengen unzersetzt gebliebenen Natriumsulfates (0,5 bis 1,0 Proz. in calcinierter Ware); eine Verunreinigung, welche für manche Verwendungszwecke nachteilig und deshalb tunlichst zu vermeiden ist.

Man geht diesem Übelstande aus dem Wege, wenn man beim Ankauf „Ammoniaksoda" bedingt, eine Ware, welche nach einem anderen Fabrikationsverfahren, dem sog. Ammoniaksodaprozeß — durch Zersetzung von Kochsalz mittels doppeltkohlensauren Ammons —, hergestellt wird. Eine solche Soda ist, wenn nicht eine absichtliche Verfälschung, etwa mit Glaubersalz — schwefelsaurem Natrium — vorliegt, frei von Schwefelsäure.

Eine bei der letztgenannten Soda häufig sich vorfindende Verunreinigung mit Chlornatrium (0,5 bis 2,5 Proz. in calcinierter Ware) ist für die hier in Frage stehenden Verwendungen weniger von Belang, selbstverständlich sollen aber „reine" Sodasorten möglichst wenig auch von diesem Körper enthalten.

Bei der chemischen Untersuchung von Soda wird entweder die Kohlensäure oder die vorhandene Base bestimmt, und daraus der Gehalt an kohlensaurem Natrium berechnet; außerdem bestimmt man die Menge der anwesenden Verunreinigungen, etwa vorhandenes Sulfat und Chlornatrium, sowie den Wassergehalt, welcher infolge schlechter Verpackung oder Lagerung bei kristallisierter Soda durch Wasserabgabe an die Luft, durch sog. Verwittern, sich verringern, bei calcinierter Soda durch Anziehung von Feuchtigkeit aus der Luft bis zu mehreren Prozenten zunehmen kann. Die nachstehenden Vorschriften gelten zunächst nur für die Untersuchung der in den Zuckerfabriken ausschließlich benutzten calcinierten Ware —, liegt kristallisierte Soda vor, so müssen die anzuwendenden Mengen wegen des hohen Wassergehaltes in sachgemäßer Weise vergrößert werden.

A. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes.

Man wägt 5,0 g in einen kleinen Porzellan- oder Platintiegel und erhitzt fünf Minuten lang bei schwacher Rotglut des Tiegelbodens. Der Gewichtsverlust wird als „Wasser" berechnet[1]).

B. Bestimmung des kohlensauren Natriums.

a) Gewichtsanalytische Bestimmung.

Die Bestimmung des Gehaltes an kohlensaurem Natrium läßt sich durch Feststellung des Gehaltes an Kohlensäure und zwar mittels des Geißlerschen Apparates (S. 299) aus dem Gewichtsverlust herleiten,

---

[1]) Gute, wasserfreie, frisch calcinierte Soda gibt bei solcher Behandlung stets unter 0,1 Proz. Glühverlust.

wenn man die Kohlensäure durch eine stärkere Säure austreibt. Man verwendet 1,5 bis 2,0 g Soda und führt die Untersuchung genau, wie daselbst beschrieben, aus.

Das Gewicht der ausgetriebenen Kohlensäure, mit dem Faktor 2,4091 multipliziert, ergibt die Menge des vorhanden gewesenen Natriumkarbonats.

Beispiel: 2,0 g Soda sind im Geißlerschen Apparate zersetzt worden. Nachdem zum Schlusse die im Zersetzungsgefäße befindliche Lösung nach dem Erhitzen wieder vollständig erkaltet war, wurde der Apparat aufs neue gewogen.

Gewicht des Apparates vor der Entwickelung . . .	65,9322 g,
" " " nach " " . . .	65,1210 g,
Gewichtsverlust = Kohlensäure	0,8112 g.

0,8112 × 2,4091 = 1,9543 kohlensaures Natrium.
2,0 g : 1,9543 = 100,0 g : 97,72 Proz. kohlensaures Natrium.

b) Maßanalytische Bestimmung durch Titration mittels Normalschwefelsäure.

Diese Methode beruht darauf, daß man eine gewisse Menge der zu untersuchenden Soda durch Zusatz einer bestimmten, mehr als ausreichenden Menge Normalsäure [1]) zersetzt, worauf mittels Normal-

[1]) Mit dem Namen Normalflüssigkeiten bezeichnet man reine Lösungen, welche in einem Liter oder 1000 ccm ein Äquivalentgewicht des betreffenden Körpers, in Grammen ausgedrückt, gelöst enthalten. Als „Äquivalentgewicht in Grammen" ist diejenige Menge eines Körpers zu verstehen, welche ein Gramm Wasserstoff entweder austauscht, ersetzt oder bindet oder überhaupt, mittelbar oder unmittelbar, in chemische Reaktion bringt.

So ersetzen z. B. 40,008 g $NaOH$ oder 36,468 g HCl oder 169,89 g $AgNO_3$ je 1,0 g H, mithin muß die Normal-Natronlösung 40,008 g Natriumhydrat, die Normal-Salzsäure 36,468 g Chlorwasserstoffsäure, die Normal-Silberlösung 169,89 g Silbernitrat im Liter enthalten. Dagegen ersetzen 62,00 g Na_2O oder 80,07 g SO_3 oder 208,29 g $BaCl_2$ je 2,0 g H und demgemäß wird die Normal-Natronlösung nur $\frac{62,00}{2}$ = 31,00 g Natriumoxyd, die Normal-Schwefelsäure nur $\frac{80,07}{2}$ = 40,035 g Schwefelsäureanhydrid, die Normal-Chlorbaryumlösung nur $\frac{208,29}{2}$ = 104,145 g Chlorbaryum enthalten können usf.

Alle Normalflüssigkeiten sind mithin einander gleichwertig, sie entsprechen einander. Wenn man 10 ccm Normal-Schwefelsäure mit Normal-Natronlösung versetzt, so würde man ebenfalls 10,0 ccm derselben gebrauchen, um die Säure zu neutralisieren. Genau ebensoviel Normal-Natron- oder jeder anderen Normal-Alkalilösung würde man zur Neutralisierung eines gleichen Quantums jeder beliebigen Normalsäure nötig haben.

Da 1000 ccm Normal-Schwefelsäure = 40,035 g Schwefelsäureanhydrid, so enthält 1,0 ccm derselben = 0,040035 g und entspricht demnach beispielsweise 0,03100 g Natriumoxyd oder Natron, oder 0,040008 g Natriumhydrat, oder auch derjenigen Menge kohlensauren Natriums, die 0,03100 g Natron

Alkalilösung bestimmt wird, wieviel freie Säure nach der Zersetzung noch vorhanden.

Was von der zugefügten Säuremenge nicht mehr im freien Zustande, sondern gebunden ist, entspricht der Menge des zersetzten, in der Soda enthalten gewesenen kohlensauren Natriums.

Fig. 123.

Zur Ausführung dieser Bestimmung benutzt man eine Normal-Schwefelsäure und eine Normal-Natronlauge.

Bereitung und Titerstellung beider Flüssigkeiten sind im Anhange angegeben. Da die Lauge sich leicht durch Bildung von kohlensaurem Salz vermittelst Anziehung von Kohlensäure aus der Luft verändert, so verbindet man behufs Aufbewahrung und Benutzung der Flüssigkeit die Vorratsflasche und die Bürette in der durch Fig. 123 angedeuteten Weise. Es bietet diese Zusammenstellung des Apparates nicht allein bei öfterem Gebrauche große Bequemlichkeit, sondern verhindert außerdem ein Verdunsten der Flüssigkeit und den Zutritt feuchter und kohlensäurehaltiger Luft.

Die hochstehende Flasche trägt, wie aus der Figur ersichtlich, in einem dreimal durchbohrten Korke zunächst eine U-förmige, teils mit Chlorcalcium, teils mit Ätzkali zur Absorption von Feuchtigkeit und Kohlensäure locker gefüllte, nach außen offene Röhre *A*, und daneben eine Verbindung mit der oberen Öffnung der Bürette *B*. In der dritten Bohrung des Korkes befindet sich ein Heberohr *C*, welches einerseits

---

gleichwertig ist, also 0,05300 g kohlensaurem Natrium oder 0,04710 g Kaliumoxyd oder 0,06910 g kohlensaurem Kalium oder 0,028045 g Calciumoxyd usw.

Zehntel- oder Hundertstel-Normalflüssigkeiten sind um das Zehnfache oder Hundertfache verdünnte Normallösungen, und enthalten im Liter $^1/_{10}$ bzw. $^1/_{100}$ des Äquivalentgewichts in Grammen ausgedrückt.

bis auf den Boden der Flasche reicht, andererseits mit dem unteren Teile der Bürette verbunden ist. Mittels des an dem Heberrohre befindlichen Quetschhahnes läßt man die Bürette von unten sich bis über den Nullpunkt füllen, schließt den Zulauf und stellt durch Öffnen des Ablaufquetschhahnes den Nullpunkt richtig ein. Die beim Ablassen der Bürette in die Flasche eintretende Luft wird durch den Inhalt der Röhre *A* getrocknet und von Kohlensäure befreit, so daß eine in dieser Weise aufbewahrte Normal-Natronlauge sehr lange, ohne eine Veränderung zu erleiden, zum Titrieren benutzt werden kann.

Bei der Untersuchung von calcinierter Soda löst man 26,5 g derselben in einem Halbliterkolben mit kaltem Wasser auf, füllt, ohne etwaige geringe Mengen ungelöster Stoffe zu berücksichtigen, bis zur Marke, mischt gut, bringt mittels der Pipette 100 ccm der Lösung (= 5,30 g Soda) in eine geräumige Kochflasche und übersättigt mit 100 ccm Normalschwefelsäure, indem man durch eine schräge Stellung des Kolbenhalses ein Verspritzen sorgfältig vermeidet. Nachdem die freigewordene Kohlensäure durch anhaltendes Kochen der sauren Flüssigkeit vollständig entfernt ist, färbt man die Lösung mit einigen Tropfen Lackmustinktur oder setzt Phenolphtaleïnlösung zu und titriert mit der Normal-Natronlauge, im ersteren Falle bis zum Eintritt der blauvioletten Farbe, im zweiten Falle bis zur bleibenden Rötung.

100 ccm Normalsäure enthalten, wie auf S. 362 auseinandergesetzt, $^1/_{10}$ Äquivalentgewicht in Grammen; verwendet man daher von einem zu prüfenden Salz $^1/_{10}$ seines Äquivalentgewichtes in Grammen, also hier zur Bestimmung von kohlensaurem Natrium $\frac{53,00}{10} = 5,300$ g, so gibt die Anzahl Cubikcentimeter Normalsäure, welche man zur Zersetzung, zum Neutralisieren dieser Menge gebraucht hat, ohne weiteres die Prozente des gesuchten Körpers an.

Beispiel. Zu der nach vorgenommener Zersetzung von 5,30 g calcinierter Soda mittels 100 ccm Normalsäure erhaltenen Flüssigkeit mußten 2,3 ccm Normal-Natronlauge zugefügt werden, bis die oben erwähnte Färbung der Flüssigkeit eintrat. Es ist dadurch also das Vorhandensein von noch 2,3 ccm überschüssig zugesetzter Normal-Schwefelsäure angezeigt. 100,0 — 2,3 = 97,7 ccm derselben sind demnach zur Neutralisation von 5,30 g calcinierter Soda erforderlich gewesen, und zeigen mithin ebensoviel, also 97,7 Proz. kohlensaures Natrium in der untersuchten Soda an.

C. Bestimmung des schwefelsauren Natriums.

Hat die qualitative Vorprüfung die Anwesenheit von so viel Schwefelsäure dargetan, daß die quantitative Bestimmung erforderlich wird, so löst man 20,0 g calcinierter Soda in einem 200-ccm-Kolben in wenig warmem Wasser auf, verdünnt nach dem Erkalten bis zur Marke, mischt

und filtriert, falls die Lösung trübe, durch ein ungenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Glas. 100 ccm dieser Lösung (= 10,0 *g* Soda) versetzt man in einem geräumigen Glase mit Salzsäure, während man dasselbe, um Verspritzen durch die freiwerdende Kohlensäure zu vermeiden, mit einem Uhrglase bedeckt hält, erhitzt zum Kochen und fällt die Schwefelsäure mittels Chlorbaryum (S. 303). Das Gewicht des erhaltenen Baryumsulfates, mit dem Faktor 0,6086 multipliziert, gibt die in 10,0 *g* Soda enthaltene Menge Natriumsulfat.

Beispiel. 100,0 ccm (= 10,0 g Soda) gaben, nach Abzug der Filterasche, 0,0181 g Baryumsulfat.

$$0{,}0181 \times 0{,}6086 = 0{,}01101\,g \text{ schwefelsaures Natrium},$$
$$10{,}0\,g : 0{,}01101 = 100{,}0\,g : x,$$
$$x = 0{,}11 \text{ Proz. schwefelsaures Natrium.}$$

D. Bestimmung des Chlornatriums.

Man bestimmt den Chlornatriumgehalt maßanalytisch mittels zehntelnormaler Silberlösung nach S. 305. Da die Endreaktion nur in neutraler oder ganz schwach alkalischer Flüssigkeit mit Sicherheit festzustellen ist, so muß man die stark alkalische Auflösung der Soda zunächst neutralisieren.

Man benutzt dazu Normal-Salpetersäure, löst in einem geräumigen Becherglase 5,0 g Soda in wenig Wasser und fügt so viel Cubikcentimeter Normal-Salpetersäure hinzu, als sich nach B b) zur Neutralisation berechnet.

Man hält dabei, um Verspritzen zu vermeiden, das Becherglas mit einem entsprechend großen Uhrglase bedeckt, erhitzt kurze Zeit zum Kochen, um die Kohlensäure völlig zu entfernen, läßt erkalten, setzt dann einige Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu und titriert mit der oben bezeichneten Silberlösung bis zum Eintreten der rötlichen Färbung.

Beispiel. Es bedurften bei B b) 5,300 g Soda = 97,7 ccm Normal-Schwefelsäure zur Neutralisation, mithin sind hier für 5,0 g Soda

$$5{,}300 : 97{,}7 = 5{,}0 : x,$$
$$x = 92{,}2 \text{ ccm Normal-Salpetersäure}$$

zu gleichem Zwecke erforderlich.

Nach Zusatz derselben mittels einer Bürette sind demnächst 7,5 ccm zehntelnormale Silberlösung gebraucht worden, von welcher (S. 307) 1,0 ccm = 0,00585 g Chlornatrium entspricht oder anzeigt.

$$7{,}5 \times 0{,}00585 = 0{,}04388 \text{ Chlornatrium},$$
$$5{,}0 : 0{,}04388 = 100 : x,$$
$$x = 0{,}88 \text{ Proz. Chlornatrium.}$$

Die Zusammensetzung der wie vorstehend untersuchten calcinierten Soda würde demnach — bei 1,30 Proz. Feuchtigkeit und 98,70 Proz. Trockensubstanz —, wie folgt, gefunden sein:

97,71	Proz.	kohlensaures Natrium,
0,11	„	schwefelsaures Natrium,
0,88	„	Chlornatrium,
1,30	„	Feuchtigkeit,
100,00	Proz.	

oder auf „wasserfreie Substanz“ = 98,70, mittels der Formel:

$$98{,}70 : 97{,}71 = 100 : x,$$
$$x = 99{,}00 \text{ Proz.}$$

usf. berechnet:

99,00	Proz.	kohlensaures Natrium,
0,11	„	schwefelsaures Natrium,
0,89	„	Chlornatrium,
100,00	Proz.	

VIII.

Ätznatron.

(Kaustisches Natron, kaustische Soda.)

Zu demselben Zwecke wie die gewöhnliche Soda, das kohlensaure Natrium, nämlich zur Entfernung des Gipses aus der Knochenkohle und dem Kesselspeisewasser, kann auch das Ätznatron (Natriumhydrat, NaOH) benutzt werden. Es setzt sich dasselbe hier mit dem vorhandenen schwefelsauren Calcium zu schwefelsaurem Natrium und Calciumhydrat um[1]), zu zwei Verbindungen, deren Anwesenheit unschädlich, oder deren Entfernung, wie oben gezeigt, keine Schwierigkeiten bietet. Durch ein Auskochen der Knochenkohle mit Ätznatronlauge erzielt man sehr wirksam eine Lösung organischer Verunreinigungen (s. S. 290), und zu dieser Verwendung ist dasselbe dem dazu gleichfalls benutzten kohlensauren Natrium vorzuziehen.

Für beide Zwecke ist eine möglichst reine, also hochprozentige, von fremden Salzen, namentlich von Sulfaten, freie Ware zu verwenden.

Die kaustische Soda des Handels enthält fast immer neben Natriumhydrat wechselnde Mengen von kohlensaurem Natrium, und man hat bei der einfachen Titration in der für den Verbrauch von Normal-Schwefelsäure erhaltenen Zahl somit nur einen Ausdruck für die Summe beider Stoffe, für die Gesamtalkalität.

Es bedarf deshalb hier bei genauen Analysen der gleichzeitigen Untersuchung auf Natriumhydrat und kohlensaures Natrium.

Wie die Soda, so enthält auch das Ätznatron des Handels an Verunreinigungen kleine Mengen von schwefelsaurem Natrium und Chlornatrium, sowie mehr oder weniger Feuchtigkeit, welche sich wegen der sehr großen Begierde des Ätznatrons, Wasser anzuziehen, bei Aufbewahrung in nicht vollständig luftdicht schließenden Gefäßen bis zum Zerfließen desselben vermehren kann.

---

[1]) $CaSO_4 + 2\,NaOH = Na_2SO_4 + Ca(OH)_2$.

Man kauft das Ätznatron entweder in fester Form, geschmolzen, gewöhnlich heiß in eiserne Trommeln gegossen, oder als eine konzentrierte Lauge. Die Untersuchung beider ist gleich.

Von dem festen Natron ein gleichmäßiges Durchschnittsmuster zu ziehen, ist nicht ganz leicht. Da die beim Probeziehen entnommenen größeren Stücke sich an der Luft schnell mit einer feuchten und kohlensäurereichen Schicht bedecken, so darf zur Analyse nur das feste, unveränderte Innere solcher Stücke verwendet werden. Man zerkleinert dieselben, nachdem sie in dichtes Papier eingeschlagen worden sind, auf harter, reiner Unterlage mittels eines Hammers, wägt zu den Untersuchungen von den inneren, trockenen Splittern möglichst schnell — um Anziehung von Wasser und Kohlensäure zu vermeiden — ab und bereitet sich eine Lösung von bestimmtem Gehalt, die alsdann zu sämtlichen Einzelbestimmungen dient. Von in flüssigem Zustande — als Lauge — bezogener Ware wird ein angemessenes Quantum in einem verschlossenen Gläschen abgewogen und demnächst verdünnt.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

Man tariert einen kleinen, mit Deckel versehenen Tiegel von Porzellan, bringt 5 bis 10 g des festen Ätznatrons hinein und bestimmt durch abermalige Wägung das genaue Gewicht der angewandten Substanz. Nach fünf Minuten langem Erhitzen über einer Flamme bis zu schwacher Glut am Boden des bedeckt zu haltenden Tiegels läßt man im Exsikkator erkalten, wägt und gibt den auf Prozente berechneten Glühverlust als Wasser an.

Beispiel.		
	Tiegel mit Ätznatron . . .	35,189 g,
	Tiegel leer	26,738 g,
	Ätznatron	8,451 g.
	Tiegel vor dem Glühen . .	35,189 g,
	Tiegel nach „ „ . .	35,160 g,
	Glühverlust = Feuchtigkeit .	0,029 g.

$$8{,}451 : 0{,}029 = 100{,}0 : x,$$
$$x = 0{,}343 \text{ Proz. Feuchtigkeit.}$$

B. Bestimmung von Natriumhydrat und kohlensaurem Natrium.

Man wägt auf dem Tarierblech 15 bis 20 g Ätznatron genau ab, übergießt es in einem 500-ccm-Kolben mit etwas destilliertem Wasser, verschließt denselben, löst und füllt zur Marke auf. Die gut gemischte Lösung dient alsdann zu sämtlichen oben erwähnten Bestimmungen.

Man ermittelt zunächst durch Titration der Lösung die Gesamtalkalität und berechnet dieselbe auf Natriumhydrat, zersetzt hierauf

in einem anderen Teile das vorhandene kohlensaure Natrium durch Zusatz von Chlorbaryum, titriert wiederum und findet, da Chlorbaryum und kohlensaures Natrium sich gegenseitig zu löslichem Chlornatrium und unlöslich ausfallendem kohlensauren Baryum zersetzen, nunmehr den wirklichen Gehalt an Natriumhydrat. Der Unterschied zwischen dieser und der zuerst ermittelten Zahl ist mithin ein Ausdruck für die vorhandene Menge kohlensauren Natriums und wird mittels eines aus den beiderseitigen Molekulargewichten sich ergebenden Faktors in kohlensaures Natrium umgerechnet.

Beispiel. 20,334 g kaustische Soda (festes Ätznatron) sind zu 500 ccm Flüssigkeit gelöst.

a) 25,0 ccm derselben (= 1,0167 g Substanz) werden mit 30 ccm Normal-Schwefelsäure versetzt, gekocht, um die Kohlensäure völlig auszutreiben, und nach dem Erkalten mit Normal-Natronlauge (S. 362) titriert. Zur völligen Neutralisation, d. h. bis zum Eintritt einer bleibenden Rötung bei Gegenwart von Phenolphtaleïn, einer blauvioletten Färbung beim Gebrauch von Lackmustinktur, waren 5,6 ccm Normal-Lauge erforderlich. Es waren mithin 5,6 ccm Normal-Schwefelsäure noch frei und 30,0 — 5,6 = 24,4 ccm derselben durch die Alkalität der in der angewandten Lösung befindlichen kaustischen Soda gebunden.

Da 1,0 ccm Normal-Schwefelsäure 0,04008 g Natriumhydrat entspricht (S. 362), so zeigen die 24,4 ccm:

$$24{,}4 \times 0{,}04008 = 0{,}977952 \text{ g Natriumhydrat}$$

in der zur Untersuchung verwendeten Menge von 1,0167 g kaustischer Soda an. Mithin berechnen sich:

$$1{,}0167 \,.\, 0{,}977952 = 100 : x,$$
$$x = 96{,}19 \text{ Proz. Natriumhydrat.}$$

b) 50,0 ccm der dargestellten Ätznatronlauge (= 2,0334 g kaustische Soda) versetzt man in einem 250-ccm-Kolben mit Chlorbaryumlösung, bis bei neuem Zusatz kein Niederschlag mehr entsteht. Ein Überschuß ist tunlichst einzuschränken. Unter fortwährendem Umschwenken kocht man die Flüssigkeit auf, wodurch ein schnelleres Absetzen des Niederschlages erreicht wird, kühlt auf die Normaltemperatur ab, füllt, ohne den meist geringen Niederschlag zu berücksichtigen, bis zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Filter in ein trockenes Glas.

50,0 ccm des Filtrates (= 0,407 g kaustische Soda) werden mit 15,0 ccm Normal-Schwefelsäure versetzt [1]) und wie oben mit Normal-Natronlauge titriert.

[1]) Eine hierbei entstehende Fällung von schwefelsaurem Baryum, von dem überschüssig zugesetzten Chlorbaryum herrührend, kann ganz unberück-

Man bedurfte 5,4 ccm derselben, um die noch freigebliebene Säure zu sättigen.

15,0 — 5,4 = 9,6 ccm sind demnach durch das vorhandene Natriumhydrat gebunden und zeigen 9,6 × 0,04008 = 0,384768 g Natriumhydrat in der verwendeten Menge (= 0,407 g Soda) an.

$$0{,}407 : 0{,}384768 = 100 : x,$$
$$x = 94{,}54 \text{ Proz. Natriumhydrat.}$$

Nach Abzug dieser Zahl von der oben erhaltenen (96,19 — 94,54) bleibt ein Betrag von 1,65 Proz. übrig, welcher, oben als Natriumhydrat berechnet, in Wirklichkeit als kohlensaures Natrium vorhanden war. Der zur Umrechnung zu benutzende Faktor ist hier 1,3247:

$$1{,}65 \times 1{,}3247 = 2{,}1858 \text{ Proz. kohlensaures Natrium.}$$

Die untersuchte kaustische Soda enthält demnach:

94,49 Proz. Natriumhydrat,
2,19 „ kohlensaures Natrium.

C. Bestimmung des schwefelsauren Natriums.

200 ccm der unter B dargestellten Lösung werden mit Salzsäure versetzt, bis ein hineingeworfenes Stückchen blaues Lackmuspapier gerötet bleibt, mithin Säure im Überschusse vorhanden ist. Zu der zum Sieden erhitzten Flüssigkeit fügt man einige Cubikcentimeter Chlorbaryumlösung und verfährt mit dem erhaltenen Niederschlage genau nach E S. 303 u. f.

Zur Umrechnung des erhaltenen Glührückstandes (schwefelsaures Baryum) auf schwefelsaures Natrium dient der Faktor 0,6086.

Beispiel. Im oben gewählten Beispiele waren 20,334 g Ätznatron zu 500 ccm gelöst, die hier verwendeten 200 ccm enthalten somit 8,134 g festes Ätznatron.

Das Gewicht des Baryumsulfates betrug nach Abzug der Filterasche = 0,2173 g, woraus nach Multiplikation mit dem Faktor 0,6086 sich 0,13231 g Natriumsulfat berechnen:

$$8{,}134 \text{ g} : 0{,}13231 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}627 \text{ Proz. schwefelsaures Natrium.}$$

---

sichtigt bleiben, da bei dieser Zersetzung an Stelle der in die Verbindung eintretenden Schwefelsäure sich eine ihr gleichwertige Menge Salzsäure bildet (Chlorbaryum und Schwefelsäure geben schwefelsaures Baryum und Chlorwasserstoff- oder Salzsäure), welche demnach auch eine äquivalente Menge Normal-Natronlauge bei der späteren Titration erfordert.

D. Bestimmung des Chlornatriums.

Die Bestimmung des Chlornatriums gleicht in ihrer Ausführung genau der bei der Untersuchung von Soda vorgeschriebenen. Sie erfordert vor der Titration mit der zehntel-normalen Silberlösung die vollständige Neutralisation der Flüssigkeit, welche sich auch hier am einfachsten auf die unter B a) gefundenen Zahlen stützt. Die Anzahl der demnächst verbrauchten Cubikcentimeter Silberlösung gibt, nach Multiplikation mit dem Faktor 0,00585, die vorhanden gewesene Menge Chlornatrium.

Beispiel. Man verwendet 100,0 ccm der unter B dargestellten Lösung, welche 4,067 g Ätznatron enthalten.

25,0 ccm dieser Lösung gebrauchten bei B a) zur völligen Neutralisation = 24,4 ccm Normalsäure, 100,0 ccm würden also das Vierfache, $24{,}4 \times 4 = 97{,}6$ ccm, erfordern.

Man pipettiert demnach in eine Porzellanschale oder ein Becherglas 97,6 ccm Normal-Salpetersäure zu den abgemessenen 100,0 ccm Ätznatronlösung, entfernt die Kohlensäure durch Aufkochen, kühlt ab, fügt einige Tropfen Kaliumchromat hinzu und titriert in bekannter Weise.

Es wurden 4,8 ccm zehntel-normale Silberlösung gebraucht, welche

$$4{,}8 \times 0{,}00585 = 0{,}028080 \text{ g Chlornatrium}$$

anzeigen.

Mithin enthielt die untersuchte Ware:

$$4{,}067 : 0{,}028080 = 100{,}0 : x,$$
$$x = 0{,}688 \text{ Proz. Chlornatrium.}$$

Nach vorstehendem Beispiele würde das untersuchte Ätznatron folgende Zusammensetzung besitzen:

94,41	Proz.	Natriumhydrat (Ätznatron),
2,11	„	kohlensaures Natrium,
1,63	„	schwefelsaures Natrium,
0,69	„	Chlornatrium,
0,34	„	Wasser,
0,66	„	unbestimmt (Eisenoxyd, Tonerde, Kieselsäure usw.),
100,00	Proz.	

Liegt nicht festes Ätznatron, sondern eine Natronlauge zur Analyse vor, so ermittelt man zunächst nach einer der bekannten Methoden (S. 67 u. f.) deren spezifisches Gewicht. Den entsprechenden Prozentgehalt an Natron (Na_2O) oder Ätznatron ($NaOH$) ergibt ohne weiteres die nachstehende Tabelle XIV.

Beispiel. Das spezifische Gewicht einer Natronlauge ist bei 15^{0} C = 1,308 gefunden; dementsprechend enthält sie nach der Tabelle 21,55 Proz. Natriumoxyd oder 27,80 Proz. Natriumhydrat.

Tabelle XIV.
Gehalt von Ätznatronlaugen bei 15° C[1]).

Spezifisches Gewicht	Grade Baumé	100 Tle. enthalten Teile		1 cbm enthält kg	
		Na_2O	NaOH	Na_2O	NaOH
1,007	1	0,47	0,61	4	6
1,014	2	0,93	1,20	9	12
1,022	3	1,55	2,00	16	21
1,029	4	2,10	2,71	22	28
1,036	5	2,60	3,35	27	35
1,045	6	3,10	4,00	32	42
1,052	7	3,60	4,64	38	49
1,060	8	4,10	5,29	43	56
1,067	9	4,55	5,87	49	63
1,075	10	5,08	6,55	55	70
1,083	11	5,67	7,31	61	79
1,091	12	6,20	8,00	68	87
1,100	13	6,73	8,68	74	95
1,108	14	7,20	9,42	81	104
1,116	15	7,80	10,06	87	112
1,125	16	8,50	10,97	96	123
1,134	17	9,18	11,84	104	134
1,142	18	9,80	12,64	112	144
1,152	19	10,50	13,55	121	156
1,162	20	11,14	14,37	129	167
1,171	21	11,73	15,13	137	177
1,180	22	12,33	15,91	146	188
1,190	23	13,00	16,77	155	200
1,200	24	13,70	17,67	164	212
1,210	25	14,40	18,58	174	225
1,220	26	15,18	19,58	185	239
1,231	27	15,96	20,59	196	253
1,241	28	16,76	21,42	208	266
1,252	29	17,55	22,64	220	283
1,263	30	18,35	23,67	232	299
1,274	31	19,23	24,81	245	316
1,285	32	20,00	25,80	257	332
1,297	33	20,80	26,83	270	348
1,308	34	21,55	27,80	282	364
1,320	35	22,35	28,83	295	381
1,332	36	23,20	29,93	309	399
1,345	37	24,20	31,22	326	420
1,357	38	25,17	32,47	342	441
1,370	39	26,12	33,69	359	462
1,383	40	27,10	34,96	375	483
1,397	41	28,10	36,25	392	506
1,410	42	29,05	37,47	410	528
1,424	43	30,08	38,80	428	553
1,438	44	31,00	39,99	446	575
1,453	45	32,10	41,41	466	602
1,468	46	33,20	42,83	487	629
1,483	47	34,40	44,38	510	658
1,498	48	35,70	46,15	535	691
1,514	49	36,90	47,60	559	721
1,530	50	38,00	49,02	581	750

[1]) Lunge, Taschenbuch, 3. Aufl., S. 222.

Man würde also bei der weiter vorzunehmenden Analyse, um ähnliche Mengenverhältnisse, wie oben angegeben, einzuhalten: 100 g Lauge zu 500 ccm Flüssigkeit verdünnen, davon zur Bestimmung von Natriumhydrat und kohlensaurem Natrium je 25 und 50 ccm, zur Bestimmung von schwefelsaurem Natrium 200 ccm, zur Bestimmung von Chlornatrium 100 ccm verwenden.

Die Untersuchungen selbst und die Berechnungen sind den oben angegebenen völlig gleich.

Bei der Wertbestimmung, bei An- und Verkauf von Ätznatron und Laugen wird häufig nicht nach Prozenten, sondern nach sog. „Graden" gehandelt, und zwar bald nach „englischen", bald nach „deutschen" Graden.

„Englische Grade" schließen alles ein, was durch die Normalsäure bei B a) neutralisiert wird, also auch das, was als kohlensaures Natrium zugegen war; „deutsche Grade" hingegen berücksichtigen das vorhandene kohlensaure Natrium gar nicht, führen nur das auf, was als Natriumhydrat nach B b) gefunden wird, drücken es aber in gleichwertigen Prozenten kohlensauren Natriums aus.

Das als Beispiel in vorstehendem gewählte Ätznatron würde demnach eine Grädigkeit von 96,19 „englisch" besitzen [s. B a)], zur Berechnung der „deutschen Grade" hätte man aber die für Natriumhydrat unter B b) gefundene Zahl = 94,49 mit dem Faktor 1,3247 (auf kohlensaures Natrium) zu multiplizieren und erhält ($94{,}49 \times 1{,}3247 = 125{,}1$) auf diese Weise somit eine Grädigkeit von „125,1 deutsch".

IX.

Salzsäure.

(Chlorwasserstoffsäure.)

Die in der Zuckerindustrie bei der „Wiederbelebung“ gebrauchter Knochenkohle, zur Abstumpfung sehr großer Alkalitäten beim Verkochen von Säften und Sirupen und zu anderen Zwecken benutzte Chlorwasserstoffsäure oder Salzsäure[1]) wird hierzu niemals im Zustande „chemischer Reinheit“, sondern stets als sog. „rohe Salzsäure“ bezogen, eine Ware, welche, im wesentlichen eine Auflösung von Chlorwasserstoffsäuregas (HCl) in Wasser, je nach ihrer Herstellung durch größere oder geringere Mengen von Chlor, Schwefelsäure und Eisenchlorid, fast immer auch durch gewisse Anteile von Arsenverbindungen (Arsenchlorür) verunreinigt ist.

Ein Gehalt an Chlor, an Eisenchlorid oder an organischen Stoffen erteilt der rohen Salzsäure eine mehr oder weniger gelbe Farbe.

Der Handelswert derselben wird nach ihrem Gehalt an Chlorwasserstoffsäure (HCl) bemessen und findet seinen Ausdruck in der Angabe des spezifischen Gewichtes der Säure, zumeist noch in Graden der Bauméspindel. Das spezifische Gewicht steigt mit dem Gehalte an Chlorwasserstoffsäure.

Die Anforderungen, welche der Zuckerfabrikant an die von ihm benutzte Salzsäure stellen muß, beschränken sich, abgesehen von der Richtigkeit der beim Ankauf bedungenen „Stärke“, darauf, eine an Schwefelsäure und Arsen möglichst arme Ware zu erhalten. Der Gehalt an beiden Stoffen sollte je 0,1 Gewichtsprozent nicht übersteigen[2]).

A. Bestimmung des Chlorwasserstoffgehaltes.

Man ermittelt die Stärke einer Salzsäure, d. h. den Gehalt an Chlorwasserstoff, fast immer nur durch Bestimmung des spezifischen Gewichtes derselben mittels eines Aräometers unter Zuziehung einer diesbezüglichen, nebenstehend abgedruckten Tabelle.

---

[1]) Sie führt den Namen „Salzsäure“, weil sie früher aus dem gewöhnlichen „Salz“, dem Kochsalz, und zwar durch Erhitzen desselben mit Schwefelsäure, dargestellt wurde. Sie wird jetzt wohl ausschließlich als Nebenprodukt in den Sodafabriken gewonnen.

[2]) Der Gehalt an Schwefelsäure ist in gewöhnlicher gelber Salzsäure des Handels bis zu 10 Proz., an Arsenchlorür bis zu 1 Proz. gefunden worden.

Tabelle XV.

Volumgewichte von Salzsäuren.

(Nach Lunge und Marchlewski[1]).

Volumgewicht bei $\frac{15^\circ}{4^\circ}$ (luftl. Raum)	Grade Baumé	100 Gew.-Tle. entsprechen bei chemisch reiner Säure			
		Proz. HCl	Proz. 20grädige Säure	Proz. 21grädige Säure	Proz. 22grädige Säure
1,000	0,0	0,16	0,49	0,47	0,45
1,005	0,7	1,15	3,58	3,42	3,25
1,010	1,4	2,14	6,66	6,36	6.04
1,015	2,1	3,12	9,71	9,27	8,81
1,020	2,7	4,13	12,86	12,27	11,67
1,025	3,4	5,15	16,04	15,30	14,55
1,030	4,1	6,15	19,16	18,27	17,38
1,035	4,7	7,15	22,27	21,25	20,20
1,040	5,4	8,16	25,42	24,25	23,06
1,045	6,0	9,16	28,53	27,22	25,88
1,050	6,7	10,17	31,68	30,22	28,74
1,055	7,4	11,18	34,82	33,22	31,59
1,060	8,0	12,19	37,97	36,23	34,44
1,065	8,7	13,19	41,09	39,20	37,27
1,070	9,4	14,17	44,14	42,11	40,04
1,075	10,0	15,16	47,22	45,05	42,84
1,080	10,6	16,15	50,31	47,99	45,63
1,085	11,2	17,13	53,36	50,90	48,40
1,090	11,9	18,11	56,41	53,82	51,17
1,095	12,4	19,06	59,37	56,64	53,86
1,100	13,0	20,01	62,33	59,46	56,54
1,105	13,6	20,97	65,32	62,32	59,26
1,110	14,2	21,92	68,28	65,14	61,94
1,115	14,9	22,86	71,21	67,98	64.60
1,120	15,4	23,82	74,20	70,79	67,31
1,125	16,0	24,78	77,19	73,74	70,02
1,130	16,5	25,75	80,21	76,52	72,76
1,135	17,1	26,70	83,18	79,34	75,45
1,140	17,7	27,66	86,17	82,20	78,16
1,1425	18,0	28,14	87,66	83,62	79,51
1,145	18,3	28,61	89,13	85,02	80,84
1,150	18,8	29,57	92,11	87,87	83,55
1,152	19,0	29,95	93,30	89,01	84,63
1,155	19,3	30,55	95,17	90,79	86,32
1,160	19,8	31,52	98,19	93,67	89,07
1,163	20,0	32,10	100,00	95,39	90,70
1,165	20,3	32,49	101,21	96,55	91,81
1,170	20,9	33,46	104,24	99,43	94,55
1,171	21,0	33,65	104,82	100,00	95,09
1,175	21,4	34,42	107,22	102,28	97,26
1,180	22,0	35,39	110,24	105,17	100,00
1,185	22,5	36,31	113,11	107,90	102,60
1,190	23,0	37,23	115,98	110,63	105,20
1,195	23,5	38,16	118,87	113,40	107,83
1,200	24,0	39,11	121,84	116,22	110,51

[1]) Zeitschr. f. angew. Chem. 1891, S. 135.

Die vorstehende Tabelle XV gibt, ohne weitere Erklärungen nötig zu machen, jeden in dieser Beziehung erforderlichen Ausweis. Die übliche Stärke der Säure des Handels beträgt 15° bis 16° Bé, entsprechend einem spezifischen Gewicht von 1,116 bis 1,125 bei 15° C und einem Gehalt von etwa 24 Proz. Chlorwasserstoffsäure.

B. Bestimmung des Schwefelsäuregehaltes.

Die Schwefelsäure wird auch hier durch Zusatz von Chlorbaryum als Baryumsulfat gefällt und als solches gewogen. Da diese Verbindung indessen in starkem Überschuß von Salzsäure etwas löslich ist, so muß man den größten Teil der letzteren vor der Fällung entfernen, was am einfachsten durch Neutralisieren mit reiner Natronlauge geschehen kann [1].

Man mißt in einem trockenen Maßkölbchen 100,0 ccm der zu untersuchenden Säure ab, bringt dieselben, unter vollständigem Nachspülen des Kölbchens mit destilliertem Wasser, in einen Kochkolben oder ein größeres Becherglas, verdünnt bis auf etwa 200 ccm Gesamtmenge, fügt so lange reine, schwefelsäurefreie Natronlauge hinzu, bis die Flüssigkeit nur noch schwach sauer, erhitzt zum Sieden und versetzt mit Chlorbaryumlösung. Bei Gegenwart von Schwefelsäure fällt schwefelsaures Baryum aus, welches, wie auf S. 303 angegeben, weiter behandelt und der Menge nach bestimmt wird. Durch Multiplikation mit dem Faktor 0,3430 erhält man die entsprechende Menge Schwefelsäureanhydrid (SO_3), welche mit Berücksichtigung des spezifischen Gewichts der Salzsäure auf Gewichtsprozente berechnet wird.

Beispiel. 100 ccm Salzsäure gaben (nach Abzug der Filterasche) 0,083 g schwefelsaures Baryum, entsprechend $0,083 \times 0,3430 = 0,0285$ g Schwefelsäure; die Salzsäure besaß bei 15° C ein spezifisches Gewicht von 1,135 (entsprechend 17,1° Bé). 100 ccm Salzsäure würden demnach 113,5 g wiegen und der Prozentgehalt der Salzsäure an Schwefelsäure sich nach folgender Gleichung herausstellen:

$$113,5 : 0,0285 \times 100 : x,$$

$$x = 0,025 \text{ Gewichtsprozente Schwefelsäure.}$$

C. Bestimmung des Arsengehaltes.

Jede „rohe Salzsäure“ ist arsenhaltig, wenn nicht, was nur ausnahmsweise der Fall sein kann, von Arsen befreite Schwefelsäure zu ihrer Darstellung benutzt wurde.

Das in der Schwefelsäure enthaltene Arsen geht mit den Salzsäuredämpfen über; es findet sich in der Salzsäure als Dreifach-Chlorarsen und kann am einfachsten mittels Schwefelwasserstoffs nachgewiesen werden.

[1]) Man kann in diesem Falle Ammoniak nicht zum Neutralisieren verwenden, da das entstehende Chlorammonium ebenfalls in geringem Maße lösend auf Baryumsulfat einwirkt.

Man verdünnt zu diesem Zwecke 10 ccm rohe Salzsäure mit der gleichen Menge Wasser und überschichtet das Gemisch vorsichtig mit frisch bereitetem Schwefelwasserstoffwasser. Nach einstündigem Stehen, sowohl in der Kälte wie in der Wärme, entsteht bei Vorhandensein von Arsenverbindungen zwischen beiden Flüssigkeitsschichten eine von Schwefelarsen herrührende, je nach der anwesenden Menge Arsen stärkere oder schwächere gelbe Färbung oder Ausscheidung.

Ist die quantitative Bestimmung des Arsens notwendig oder wünschenswert, so wird dasselbe in arsensaures Ammonium-Magnesium übergeführt und als solches gewogen.

Der Fällung desselben muß eine Abscheidung als arsenmolybdänsaures Ammon vorhergehen, da die direkte Fällung wegen der vorhandenen Eisenverbindungen, welche mit in den Niederschlag eingehen würden, nicht zulässig ist.

Man mißt in ein geräumiges Becherglas mittels Maßkolbens 100,0 ccm der zu untersuchenden Salzsäure ab (bei geringem Arsengehalt das Doppelte oder Dreifache), fügt 10,0 ccm Salpetersäure hinzu und erhitzt zum Kochen, um auf diese Weise alles vorhandene Arsen zu Arsensäure zu oxydieren. Nach völligem Erkalten fügt man vorsichtig unter beständigem Umrühren so viel Ammoniak hinzu, bis ein hineingeworfenes Stückchen Lackmuspapier blau geworden, die Reaktion also alkalisch ist, und versetzt alsdann mit 100 bis 150 ccm stark salpetersäurehaltiger Molybdänlösung (s. Anhang).

Bei anhaltendem Erwärmen der Flüssigkeit im heißen Wasserbade scheidet sich nunmehr alles vorhandene Arsen in Form eines schwefelgelben Niederschlages von arsenmolybdänsaurem Ammon aus.

Nach zwölfstündigem Stehen ohne Erwärmen filtriert man die klare Flüssigkeit ab, bringt zuletzt auch den größten Teil des gelben Niederschlages aufs Filter und wäscht denselben samt dem Glase mit Molybdänflüssigkeit, welche vorher mit der gleichen Menge Wasser verdünnt wurde, aus. Filtrat und Waschwässer können entfernt werden. Das Glas, in welchem man die Fällung vornahm, wird aber sofort weiter benutzt, man kann deshalb die Reste des Niederschlages in demselben belassen, setzt nach dreimaligem Auswaschen des Filters den den Niederschlag enthaltenden Trichter über das Glas und gibt auf das Filter Ammoniak und warmes Wasser, wodurch der gelbe Niederschlag schnell in Lösung geht. Man wäscht nach völliger Auflösung desselben mit heißem Wasser nach, fügt zu dem Filtrat so viel reine Salzsäure, bis der wieder entstehende Niederschlag eben wieder verschwindet, läßt erkalten und fügt tropfenweise mittels einer Pipette 10,0 ccm Magnesiamischung (s. Anhang), sodann 100 ccm Ammoniak hinzu.

Bei anhaltendem und starkem Rühren mit dem Glasstabe scheidet sich alles Arsen als weißes, arsensaures Ammon-Magnesium aus; man läßt die Flüssigkeit zwölf Stunden lang, bedeckt, in der Kälte stehen,

filtriert sodann über ein gewogenes Filter und wäscht den Niederschlag mit möglichst kleinen Mengen verdünnter Ammoniakflüssigkeit[1]) aus, bis das ablaufende Filtrat, mit Salpetersäure und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt, keine Trübung zeigt. Der Niederschlag wird im Trockenschranke genau bei 102 bis 103° C getrocknet und bei Gewichtsbeständigkeit gewogen. Er ist dann nach der Formel $2MgNH_4AsO_4 + H_2O$ zusammengesetzt und läßt durch Multiplikation des ermittelten Gewichtsbetrages mit dem Faktor 0,3938 die ihm entsprechende Menge metallisches Arsen finden.

Beispiel. 100,0 ccm roher Salzsäure gaben nach vorstehender Behandlung nachstehende Zahlenwerte:

Glas mit Filter und Inhalt	34,2517 g,
Glas mit Filter	34,1590 g,
Arsensaures Ammon-Magnesium	0,0927 g,

mithin $0{,}0927 \times 0{,}3938 = 0{,}03651$ g Arsen in 100,0 ccm, oder bei dem oben erwähnten spezifischen Gewichte der Säure von 1,135 bei 15° C:

$$113{,}5 : 0{,}03651 = 100 : x,$$

$x = 0{,}032$ Gewichtsprozente metallisches Arsen.

---

[1]) 1 Tl. Ammoniak mit 3 Tln. Wasser verdünnt.

X.

Brenn- und Heizstoffe.

(Steinkohlen, Braunkohlen, Koks.)

Die oben genannten Stoffe, welche beim Heizen oder Brennen zur Erzeugung von Wärme dienen, bestehen im wesentlichen aus Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff, geringen Anteilen Stickstoff und wechselnden Mengen mineralischer Stoffe, welche nach dem Verbrennen als Asche zurückbleiben. Außerdem enthalten sie in frischem Zustande größere oder geringere Mengen Feuchtigkeit und, als einen unerwünschten Bestandteil, fast immer gewisse Schwefelverbindungen.

Die bei der Verbrennung eines Heizstoffs auftretende Wärme ist die Folge der chemischen Vereinigung des Kohlenstoffs und Wasserstoffs mit Sauerstoff. Die Verbrennungsprodukte sind Kohlensäure und Wasser. Auch der in organischer Verbindung oder als Schwefeleisen vorhandene Schwefel nimmt an der Verbrennung und somit, wenn auch in geringem Grade, an der Wärmeerzeugung teil und liefert dabei schweflige Säure.

Es ist danach ersichtlich, daß ein Brennstoff um so wertvoller, zur Erzeugung von Wärme um so geeigneter sein wird, je mehr Kohlenstoff und Wasserstoff er enthält..

Die in den Brennstoffen enthaltene Feuchtigkeit muß durch die Verbrennungswärme verdampft werden. Je trockener also ein Brennstoff ist, um so weniger Wärme wird für die Verdampfung der Feuchtigkeit beansprucht und um so mehr bleibt für den eigentlichen Heizzweck nutzbar. Selbstverständlich steigt auch der Wert eines Brennstoffs mit abnehmendem Aschegehalt.

Die Untersuchung der Heizstoffe erstreckt sich dementsprechend für die hier in Betracht kommenden Zwecke auf die Ermittelung des Gehaltes an Feuchtigkeit, an Asche, an Schwefel und an Kohlenstoff und Wasserstoff. Die Ausführung dieser Arbeiten findet sich im nachstehenden angegeben.

Zur Gewinnung von Durchschnittswerten ist die größte Sorgfalt bei der Probenahme unerläßlich, da nachgewiesenermaßen die mineralischen Beimengungen, die Aschenbestandteile, ungleichmäßig in der Kohle verteilt sind und auch die sonstige Beschaffenheit der letzteren je nach der Lage und Tiefe der Schichten sehr verschieden sein kann.

Man verfährt am besten nach folgender Vorschrift[1]): Von dem gesamten Vorrat entnimmt man an den verschiedensten Stellen je einige Schaufeln voll oder wirft bei Anfuhr von Brennstoffen von jeder Ladung (Karre, Korb u. dgl.) eine Schaufel voll in eine mit Deckel versehene Kiste. Diese Gesamtprobe wird auf einem gutgereinigten trockenen Steinplatten- oder Bohlenfußboden zerkleinert, gemischt, zu einer quadratischen Fläche ausgebreitet und kreuzweise in vier gleiche Teile geteilt. Zwei einander gegenüberliegende Teile werden beseitigt, die beiden anderen weiter zerkleinert, wieder gemischt und wieder, wie vorher, ausgebreitet und geteilt. Man wiederholt dies Verfahren mehrmals und kommt auf diese Weise schließlich sicher zu einer vollständig gleichmäßig zerkleinerten, die Gesamtmenge richtig vertretenden Durchschnittsprobe, von der man etwa 1 kg in einem gutschließenden Glase aufbewahrt. Trockene Steinkohlen und Koks kann man sodann auf einer kleinen Mühle zu feinem Pulver mahlen, grubenfeuchte Braunkohlen, die häufig 50 Proz. und mehr Wasser enthalten, muß man aber erst zum Zwecke der feinsten Zerteilung bei niederer Temperatur vortrocknen. In einem besonderen Anteil bestimmt man die Gesamtfeuchtigkeit, um demnächst alle Werte auf diese umrechnen zu können.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

a) Steinkohlen und Koks.

10,0 g der fein zerriebenen Probe werden in einem Filtertrockengläschen (Fig. 104, S. 254) abgewogen und im Trockenschranke bei 105 bis 110° zwei Stunden lang getrocknet. Nach dem Erkalten im Exsikkator setzt man den Deckel auf das Trockenglas und wägt. Der Gewichtsverlust, mit 10 multipliziert, ist der Wassergehalt in Prozenten.

Beispiel. 10,0 g Steinkohle wurden getrocknet.

Trockenglas mit Kohle vor dem Trocknen	36,960 g,
„ „ „ nach „ „	36,808 g,
Verlust = Wasser . . .	0,152 g.

Die Steinkohle enthält demnach:

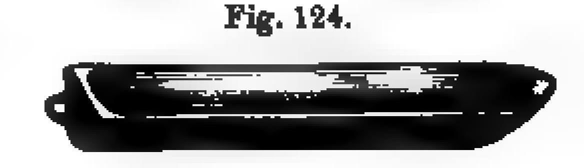
	1,52 Proz.	Wasser,
und somit	98,48 „	Trockensubstanz,
	100,00 Proz.	

[1]) Nach den diesbezüglichen Übereinkommen des Vereins der Deutschen Ingenieure und dem Verbande der Dampfkesselüberwachungsvereine. Post, Chemisch-technische Analyse, 3. Aufl., 1908, Band I, S. 39.

b) Braunkohlen.

Von der grubenfeuchten Durchschnittsprobe wägt man für die Vortrocknung 25,0 g in einer flachen Porzellanschale ab und läßt sie drei bis vier Stunden in einem auf 20 bis 25° erwärmten Trockenschranke stehen, wodurch die größte Menge der Feuchtigkeit sich verflüchtigt. Nach dem Erkalten im Exsikkator stellt man den Gewichtsverlust durch Wägung fest und zerreibt die Probe in einer schwach erwärmten Reibschale zu feinstem Pulver, welches, in gut verschlossenem Glase aufbewahrt, zu der weiteren Bestimmung dient.

Fig. 124.



Der in der Kohle verbliebene Rest von Feuchtigkeit wird, um den oxydierenden Einfluß des Luftsauerstoffs bei höherer Temperatur auszuschalten, im Wasserbade unter Überleiten von trockener Kohlensäure ausgetrieben. Man wägt von der vorgetrockneten Kohle 4 bis 5 g in ein Porzellanschiffchen (Fig. 124) und bringt dasselbe in die Mitte der Metallröhre *mn*, welche in der aus der Fig. 125 ersichtlichen Weise von dem kupfernen Wasserbadkasten eingeschlossen und mit demselben an beiden Seiten verlötet ist.

Fig. 125.

Bei *n* erhält die Röhre einen Schutzpfropfen mit einem kurzen, beiderseits offenen Glasröhrchen, bei *m* wird Kohlensäure eingeführt. Man entwickelt dieselbe am besten aus kohlensaurem Kalk (Marmorabfall), welcher, in passende Stückchen zerschlagen, mit verdünnter Salzsäure zersetzt wird, und man benutzt dazu zweckmäßig einen so-

genannten Kippschen Apparat. Die obere und untere Kugel von A enthält die Säure, welche nach Öffnen des Glashahns h durch ihr eigenes Gewicht in die mit den Marmorstücken gefüllte, mittlere Kugel hinaufgedrückt wird. Das entweichende Gas tritt zunächst in eine mit wenig Wasser versehene Waschflasche B, welche etwa mitgerissene Säure zurückhält und zugleich die Stärke der Gasentwicklung durch die langsamere oder schnellere Folge der aufsteigenden Gasblasen anzeigt. Die dem Gase anhängende Feuchtigkeit wird darauf in C durch die darin befindliche Chlorcalciumfüllung vollständig zurückgehalten. Nach einstündigem, langsamen Überleiten von wasserfreier Kohlensäure, während man den Inhalt des Wasserbades in lebhaftem Kochen hielt, ist die Kohle völlig ausgetrocknet. Man stellt den Gaszutritt ab, öffnet die Röhre, schiebt das Porzellanschiffchen vorsichtig heraus, läßt es im Exsikkator erkalten und wägt. Der Gesamtgehalt an Feuchtigkeit ergibt sich dann aus den beiden Bestimmungen.

Beispiel. Von einer grubenfeuchten Braunkohle sind 25,0 g vorgetrocknet.

Schale mit feuchter Kohle	69,880 g,
„ „ getrockneter Kohle . . .	59,280 g,
Gewichtsverlust = Wasser	10,600 g.

$$25{,}0 : 10{,}600 = 100 : x,$$
$$x = 42{,}40 \text{ Proz. Wasser.}$$

Von diesem vorgetrockneten Rückstande sind 5,0 g im Porzellanschiffchen unter Überleiten von Kohlensäure völlig entwässert.

Schiffchen mit vorgetrockneter Kohle . .	24,384 g,
„ „ wasserfreier „ . .	24,124 g,
Wasser	0,260 g.

$$5{,}0 : 0{,}260 = 100 : x,$$
$$x = 5{,}20 \text{ Proz. Wasser.}$$

Der Gesamtgehalt an Wasser in der grubenfeuchten Kohle belief sich somit auf 42,40 + 5,20 = 47,60 Proz.

Die so nach a) oder b) hergestellte wasserfreie Substanz wird ganz oder teilweise in einem kleinen, mit eingeschliffenem Glasstopfen versehenen Reagenzgläschen im Exsikkator aufbewahrt und dient demnächst zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff unter D.

B. Bestimmung des Aschegehaltes.

Von der wie zu A benutzten, ungetrockneten Substanz wägt man in ein ausgeglühtes und gewogenes Platinschälchen (Fig. 65, S. 142) von Steinkohlen und Koks 2,0 bis 3,0 g, von feuchten Braunkohlen den doppelten Betrag genau ab, läßt zunächst im Trockenschrank völlig austrocknen und glüht sodann in der Platinmuffel (Fig. 67, S. 143), bis

bei vorsichtigem Durchrühren mit einem Platindraht keine Kohleteilchen in der weißen oder rötlich gefärbten Asche mehr wahrnehmbar. Man darf anfänglich nur sehr schwach erhitzen, da anderenfalls bei der feinpulverigen Beschaffenheit der Kohle die sich entwickelnden Gase leicht unverbrannte Teilchen mitreißen und Verluste verursachen.

Man läßt alsdann in üblicher Weise erkalten und wägt; das Mehrgewicht ist Asche.

Beispiel. 5,00 g Braunkohle gaben nach obigem Verfahren:

Schälchen + Asche	12,9235 g,
Schälchen	12,6510 g,
Asche . .	0,2725 g.

$$5{,}00 : 0{,}2725 = 100 : x,$$
$$x = 5{,}45 \text{ Proz. Asche.}$$

Nach Zusammenziehung von Wasser- und Aschegehalt bleibt als Rest von 100 die Summe der organischen oder verbrennlichen Stoffe. Man bezeichnet diesen Betrag auch als Gehalt an „Reinkohle“. Die oben als Beispiel gewählte Braunkohle würde demnach im frischen, grubenfeuchten Zustande zusammengesetzt sein aus:

46,95 Proz.	verbrennlichen Stoffen (Reinkohle),
5,45 „	Asche,
47,60 „	Wasser,
100,00 Proz.	

C. Bestimmung des Schwefelgehaltes.

Der Schwefel findet sich in den oben genannten Brennstoffen in Form von Sulfaten (schwefelsaurem Calcium, schwefelsaurem Eisen) und von Schwefeleisen (Schwefelkies, Wasserkies, Pyrit). Bisweilen sind auch schwefelhaltige organische Stoffe zugegen. Das Auftreten von schwefliger Säure in den Verbrennungsgasen wird durch Vorhandensein der beiden letztgenannten bedingt, doch vermag auch wohl das selten sich vorfindende Eisensulfat (Eisenvitriol) bei der hohen Temperatur der verbrennenden Kohle schweflige Säure zu liefern, während die als Kalksulfat vorhandene Schwefelsäure ungeändert der Asche verbleibt.

Man ermittelt zunächst den Gesamtschwefelgehalt und sodann denjenigen, welcher als Sulfat zugegen ist. Der Unterschied zwischen beiden Zahlen entspricht dem Schwefelgehalt des Schwefeleisens und der etwa vorhanden gewesenen organischen Schwefelverbindungen. Um spätere Umrechnungen zu vermeiden, verwendet man hier die Kohle im ungetrockneten Zustande, doch muß sie zu diesem Zwecke tunlichst fein zerrieben werden.

a) Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes.

Man wägt von Steinkohlen und Koks 1,25 g, von feuchten Braunkohlen 2,5 g in einem nicht zu kleinen Porzellantiegel ab und bringt dazu 2,5 g eines innigen Gemisches von 2 Gew.-Tln. gebrannter Magnesia und 1 Gew.-Tl. wasserfreiem kohlensauren Natrium. Der Tiegelinhalt wird mittels eines dünnen Glasstäbchens aufs sorgfältigste gemischt; das Glasstäbchen wischt man mit einem kleinen Stück Filtrierpapier ab, welches in den Tiegel geworfen und demnächst ohne weiteres mit verbrannt wird. Man erhitzt dann den schräg liegenden, unbedeckten Tiegel (s. Fig. 108, S. 279) vorsichtig und unter ganz allmählicher Steigerung der Temperatur, und zwar schließlich nur so weit, daß der Boden des Tiegels in eben sichtbare Rotglut kommt. Nach mehreren Stunden ist die ganze Masse gleichmäßig hellgrau, weiß oder rötlich geworden und zeigt — was sich bei vorsichtigem Durchrühren mit einem Platindraht erkennen läßt — keine Kohleteilchen mehr.

Man läßt alsdann erkalten, übergießt den Tiegel in einer tiefen Porzellanschale mit etwa 100 ccm heißem Wasser, welches die Schmelze aufweicht und zum größten Teile in Lösung bringt, fügt nach Entfernung und sorgfältiger Abspülung des Tiegels Bromwasser hinzu, bis die Flüssigkeit beim Umrühren schwach gelblich bleibt, kocht einige Minuten und bringt die Gesamtlösung verlustlos in einen 250-ccm-Kolben. Nach dem Erkalten füllt man mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Gefäß. 200 ccm des Filtrates (= 1,0 g Steinkohle oder Koks, 2,0 g Braunkohle) werden sodann in einem geräumigen Becherglase mit Salzsäure stark angesäuert, bis zur völligen Entfärbung (Austreibung des Broms) gekocht und mit Chlorbaryumlösung versetzt. Der gesamte Schwefel, sowohl der des vorhandenen Sulfates wie der durch die vorhergegangene Behandlung in Schwefelsäure übergeführte Schwefel des Pyrits und der etwa gegenwärtigen organischen Verbindungen, fällt nunmehr als Baryumsulfat aus und wird nach bekannter Weise abfiltriert, geglüht und gewogen.

Der Gewichtsbetrag, nach Abzug der Filterasche mit dem Faktor 0,1374 multipliziert, läßt die in den verwendeten 200 ccm enthaltene Schwefelmenge finden, welche also den Gesamtschwefelgehalt in der in Arbeit genommenen Kohle darstellt.

Beispiel. 200 ccm der erhaltenen Lösung = 2,0 g ungetrockneter Braunkohle gaben nach vorstehender Behandlung 0,4310 g Baryumsulfat.

$$0{,}4310 \times 0{,}1374 = 0{,}05922 \text{ g Schwefel},$$

mithin in 100 Teilen:

2,961 Proz. Gesamtschwefel.

b) Bestimmung des in Form von Sulfaten vorhandenen Schwefels.

Man verwendet 25,0 g der ungetrockneten Kohle, verascht dieselben entweder in einer größeren Platinschale oder schneller in mehreren kleineren Schälchen unter Zuhilfenahme der Muffel, wie bei A, und spült die Asche mittels einer Spritzflasche in eine geräumige Porzellanschale. Nach Zusatz von etwas Bromwasser und 2 bis 4 ccm reiner Salzsäure, wodurch etwa beim Glühen der Kohle entstandenes Schwefelcalcium wieder in schwefelsaures Calcium zurückgeführt wird, fügt man noch so viel heißes Wasser hinzu, daß die Gesamtmenge der Flüssigkeit etwa 200 ccm beträgt, und erhitzt zum Kochen, bis das überschüssig zugesetzte Brom wieder ausgetrieben, der Geruch nach demselben vollständig verschwunden ist.

Man läßt etwas abkühlen, bringt den ganzen Inhalt der Schale verlustlos in einen 250-ccm-Kolben, füllt nach völligem Erkalten bis zur Marke auf und mischt und filtriert in bekannter Weise wie bei a). Vom Filtrat werden 200 ccm (= 20,0 g Kohle) mit Chlorbaryumlösung gefällt.

Die Berechnung auf Schwefel erfolgt, wie bei a) gezeigt.

Beispiel. 25,0 g ungetrockneter Braunkohle wurden verascht, die Lösung der Asche wurde auf 250 ccm gebracht. Die Schlußwägung ergab aus 200 ccm des Filtrates (entsprechend 20,0 g Kohle) 1,4360 g Baryumsulfat, woraus sich:

$$1{,}436 \times 0{,}1374 = 0{,}19731 \text{ g Schwefel}$$

in 20,0 g Kohle, mithin in 100 Teilen:

0,9865 Proz. Schwefel

berechnen, welcher in Form von Sulfaten vorhanden war.

Wenn demnach unter a)

	2,961 Proz.	Gesamtschwefel,
unter b) aber	0,987 „	Sulfatschwefel gefunden wurden,
so verbleiben	1,974 Proz.	Schwefel,

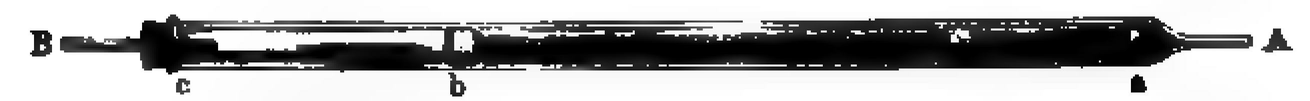
welche somit in Form von Schwefelkies (Pyrit) oder auch in seltenen Fällen, wie schon bemerkt, zugleich in Form schwefelhaltiger organischer Stoffe in der Kohle vorhanden gewesen sind.

D. Bestimmung des Kohlenstoff- und Wasserstoffgehaltes (Elementaranalyse).

Zu dieser Bestimmung wird eine gewisse Menge des Brennstoffs in einer, zum größten Teil mit grobkörnigem Kupferoxyd gefüllten Glasröhre unter gleichzeitigem Überleiten von trockenem und kohlen-

säurefreiem Sauerstoffgase verbrannt[1]). Der Kohlenstoff verbrennt dabei völlig zu Kohlensäure, der Wasserstoff zu Wasser, die bei der Erhitzung zerfallenden Schwefelverbindungen geben schweflige Säure oder Schwefelsäure. Während diese letzteren, wie auch die aus dem etwaigen Stickstoffgehalt der Kohlen sich bildenden Sauerstoffverbindungen durch eine teilweise Füllung der Verbrennungsröhre mit Bleisuperoxyd zurückgehalten oder zerlegt werden, führt der Sauerstoffstrom den Wasserdampf und die Kohlensäure mit sich fort, zunächst durch einen Apparat,

Fig. 126.



der, mit feingekörntem, geschmolzenem Chlorcalcium gefüllt, den ersteren festhält, sodann durch einen solchen, der Kalilauge enthält, welche die Kohlensäure bindet. Beide Apparate werden vor und nach der Verbrennung auf das genaueste gewogen, ihre Gewichtszunahme entspricht dann der Menge der aufgenommenen Stoffe, aus der sich der Gehalt der verbrannten Kohle an Wasserstoff und Kohlenstoff berechnet. (Eine in der verbrannten Substanz etwa noch vorhanden gewesene

Fig. 127.

Menge von Feuchtigkeit ist natürlich in der Gewichtszunahme des Chlorcalciumapparates eingeschlossen und muß unter Umständen bei der Berechnung berücksichtigt werden.)

Nach Beendigung der Verbrennung entweicht nur noch reiner Sauerstoff aus dem Kaliapparate.

Die Methode gestattet auch die gleichzeitige Bestimmung des Aschegehaltes.

[1]) Das Sauerstoffgas bereitet man am einfachsten aus einem Gemisch gleicher Teile chlorsauren Kaliums und feingepulverten Braunsteins. Man erhitzt dasselbe mäßig in einem gewöhnlichen Glaskolben und sammelt das Gas in einem sachgemäß hergestellten Gasometer.

Als Verbrennungsröhre, Fig. 126, benutzt man eine solche aus schwerschmelzbarem Kaliglase von 60 cm Länge und 16 bis 18 mm lichter Weite, an einem Ende offen und rundgeschmolzen, am anderen in eine offene Spitze von 6 bis 8 cm Länge und 4 mm lichter Weite ausgezogen. Bei ihrer Herrichtung zum Gebrauch setzt man zunächst einen Pfropfen von langfaserigem Asbest mit Hilfe eines langen dicken Glasstabes bei *a* fest, bringt mittels eines weithalsigen Trichters, während die Röhre, schräg abwärts gerichtet, von einer Klemme gehalten wird, eine etwa 12 cm lange Schicht von grobgekörntem Bleisuperoxyd darauf, dann wieder einen Asbestpfropfen und schließlich grobgekörntes Kupferoxyd, bis bei loser Schüttung die Röhre zu zwei Dritteln ihrer Länge gefüllt ist. Ein abermals eingeführter Asbestpfropfen schließt die Füllung bei *b* ab, worauf man sodann durch vorsichtiges kräftiges Aufklopfen der wagerecht gehaltenen Röhre auf die Tischplatte ein dichteres Zusammensetzen der Füllung und damit einen offenen Längskanal oberhalb derselben, einen freien Raum für das leichte Entweichen der beim Verbrennen sich bildenden Gase und des eingeführten Sauerstoffs herstellt. Bei *c* schließt man die Röhre mit einem Gummistopfen, der in seiner Durchbohrung ein kurzes, beiderseits offenes Glasröhrchen trägt. So vorgerichtet, wird die Röhre in einen Gasverbrennungsofen (Fig. 127) eingelegt. Wo Gas nicht zur Verfügung steht, benutzt man sehr zweckmäßig einen der bekannten, für Benzinheizung eingerichteten Barthelschen Verbrennungsöfen, Fig. 128 [1]).

Fig. 128.

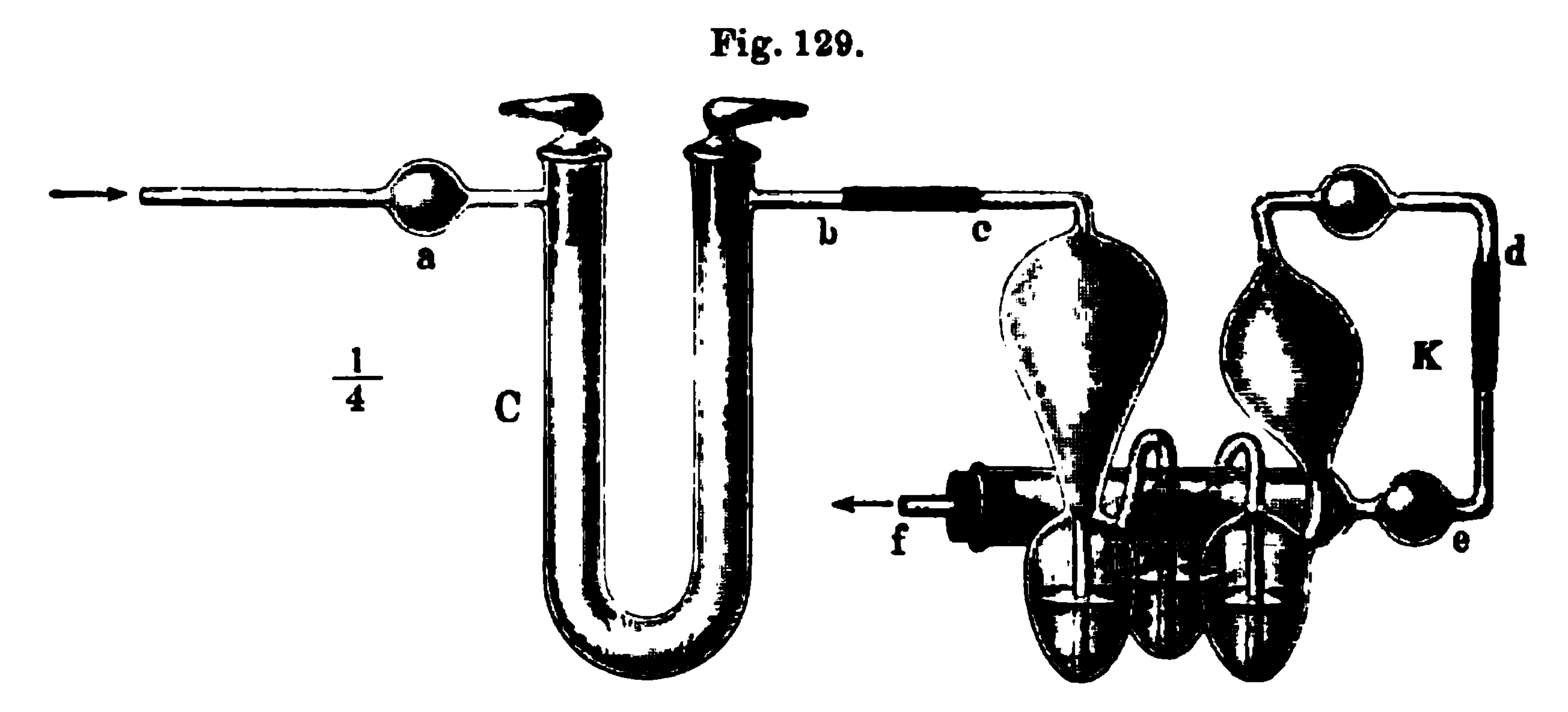
Bei *B* erhält die Verbrennungsröhre mittels eines längeren, dünnen Gummischlauches Verbindung mit einem aus zwei größeren U-Röhren oder Trockentürmen zusammengesetzten Apparate, dessen eine Hälfte mit kleinen Stücken festen Ätzkalis, die andere mit geschmolzenem grobkörnigen Chlorcalcium gefüllt wird. Das erstere nimmt dem diesen Apparat während der Verbrennung durchstreichenden und in die Ver-

[1]) Der Ofen hat eine nutzbare Länge von 85 cm, der 8 Liter fassende Benzinbehälter besitzt Druckpumpe und Manometer und steht so weit von dem Ofen ab, daß seine Erwärmung vermieden wird. Bei einem Druck von $^1/_4$ Atm. im Behälter werden etwa 300 g Benzin in der Stunde verbraucht.

brennungsröhre eingeführten Sauerstoffgase die Feuchtigkeit, das Ätzkali macht das Gas kohlensäurefrei.

Während man nun mit Hilfe eines Gasometers einen langsamen Strom des so gereinigten Sauerstoffs durch die Röhre leitet, erhitzt man sie allmählich von *b* bis *a* zum schwachen Glühen und macht sie und ihren Inhalt dadurch völlig wasserfrei. Es darf sich schließlich in der Spitze, welche von *a* ab aus dem Ofen herausragt, nicht der geringste Anflug von Feuchtigkeit mehr zeigen. Bei *A* legt man dann mittels eines kurzen Stückchens Gummischlauch, ohne die Durchleitung des Sauerstoffstromes zu unterbrechen, die genau gewogene, mit gekörntem Chlorcalcium gefüllte Röhre *C*, Fig. 129, vor (die kleine Kugel *a* nach dem Ofen gerichtet), deren Inhalt bestimmt ist, das bei der Verbrennung der Kohle auftretende Wasser festzuhalten, und verbindet ebenfalls

Fig. 129.



durch Gummischlauch das Ende *b* mit dem Röhrchen *c* eines sogenannten Geißlerschen Kaliapparates *K*, Fig. 129, welcher vermittelst der die drei unteren Kugeln füllenden starken Kalilauge die eintretende Kohlensäure bindet [1]). Ein kleines Chlorcalciumrohr *ef*, welches von den

[1]) 25 g festes Ätzkali und 50 ccm Wasser. Man füllt den Kaliapparat derart, daß man das Röhrchen *c* in ein mit der Lauge gefülltes Schälchen einführt und mittels eines über *d* geschobenen Gummischlauches die Flüssigkeit einsaugt. Man mißt in das Schälchen etwa 20 ccm Lauge ab und füllt die drei Kugeln durch Neigen des Apparates und Überziehen der Lauge durch Ansaugen gleichmäßig und so weit, wie die Figur angibt. Das Röhrenende *c* wird mit Fließpapier innen und außen getrocknet, dann erst die Verbindung zwischen *d* und *e* hergestellt.

Den gefüllten Kaliapparat und dessen Chlorcalciumröhre *ef* schützt man vor und nach dem Gebrauch gegen Wasser- und Kohlensäureanziehung derart, daß man über die äußeren Röhrenenden kurze Stückchen Gummischlauch schiebt, welche nach außen durch ganz kleine Glasstäbchen verschlossen sind. Die Röhre *C* besitzt zu gleichem Zwecke zwei eingeschliffene Hahnstopfen, welche je eine seitliche Bohrung besitzen und somit je nach ihrer Drehung Verbindung nach außen oder Abschluß ermöglichen. Nimmt man die Stopfen heraus, so ist die Röhre leicht zu füllen oder zu entleeren.

unteren Kugeln getragen und das stets gemeinsam mit dem Kaliapparate gewogen wird, verhindert etwaige Gewichtsverluste, welche dadurch entstehen könnten, daß der den Apparat durchstreichende Sauerstoffstrom Feuchtigkeit aus der Lauge mitnähme.

Während der Inhalt der Röhre unter langsamstem Überleiten von Sauerstoff in schwacher Rotglut gehalten wird, wägt man nun von der bei *A* (S. 380) erhaltenen Trockensubstanz 0,4 bis etwa 0,6 g in ein kleines, vorher ausgeglühtes, im Exsikkator erkaltetes und darauf gewogenes Platina- oder Porzellanschiffchen ab, und zwar derart, daß man das die wasserfreie Kohle enthaltende Reagenzgläschen samt Inhalt wägt, die ungefähre Menge Kohle vorsichtig und unter Vermeidung jedes Verlustes in das Schiffchen einschüttet und durch Zurückwägen des Gläschens den entnommenen Betrag genau feststellt.

Man öffnet nun die Röhre bei *c*, schiebt mittels eines starken Glasstabes das Schiffchen bis dicht an *b* hinein, schließt die Röhre sofort wieder mit dem Stopfen und beginnt dann auch die Stelle derselben, wo das Schiffchen sich befindet, zu erhitzen, bis daß ein langsames und allmähliches Verbrennen der Kohle sich vollzieht. Man regelt den Gang der Verbrennung und des Sauerstoffzutritts derart, daß die Gasblasen im Kaliapparat *K* sich nur mit mäßiger Schnelligkeit folgen.

Die Verbrennung ist beendet, sobald aus dem Kaliapparat bei *f* reines Sauerstoffgas austritt, was man in bekannter Weise daran erkennt, daß ein dicht vor *f* gehaltener, glimmender Holzspan sofort sich entflammt. Man mäßigt dann die Glut des Ofens, damit die Verbrennungsröhre, die wiederholt zu benutzen ist, langsam erkalte, nimmt zuerst den Kaliapparat *K*, sodann die Chlorcalciumröhre *C* vorsichtig ab, sichert beide gegen Verluste durch Verschluß in der S. 388 (Anmerkung) beschriebenen Weise und bringt sie nach einiger Zeit zur Wägung. Nachdem man den Sauerstoffzutritt abgesperrt, zieht man mittels eines Hakens aus dünnem Draht das Schiffchen aus der Röhre und stellt durch Wägung desselben die Menge der darin enthaltenen Asche fest.

Aus dem für Wasser erhaltenen Betrage ergibt sich durch Division mit 9 die entsprechende Menge Wasserstoff, durch Multiplikation des für Kohlensäure gefundenen Betrages mit 0,27273 der für Kohlenstoff. Beide Beträge, sowie der Aschegehalt, sind zunächst auf Prozente der verbrannten wasserfreien Kohle, sodann unter Heranziehung der Zahl für den Wassergehalt der ungetrockneten Kohle auf Prozente der letzteren zu berechnen.

Beispiel. Die oben als Beispiel herangezogene Braunkohle (welche im ungetrockneten Zustande nach A 47,60 Proz. Wasser, nach B 5,45 Asche, nach C 1,974 Schwefel in Form von Pyrit oder organischen Verbindungen enthielt) gab, im wasserfreien Zustande in vorstehender Weise verbrannt, folgende Werte:

Es wog das Glas mit Kohle vor der Entnahme . . .	22,1672 g,
„ „ „ „ „ „ nach „ Entnahme . . .	21,6652 g,
mithin Inhalt des Schiffchens (Kohle) . . .	0,5020 g.
Gewicht der Chlorcalciumröhre nach der Verbrennung	56,0232 g,
„ „ „ vor „ „	55,7834 g,
mithin Wasseraufnahme	0,2398 g.
Gewicht des Kaliapparates nach der Verbrennung . .	65,1532 g,
„ „ „ vor „ „ . .	64,0336 g,
mithin Kohlensäureaufnahme	1,1196 g.
Gewicht des Schiffchens mit Asche	5,0228 g,
„ „ „ leer	4,9708 g,
mithin Asche	0,0520 g,

Nach obigen Angaben berechnet sich daraus:

$$\frac{0{,}2398}{9} = 0{,}0266944 \text{ g Wasserstoff},$$
$$0{,}502 : 0{,}0266944 = 100 : x,$$
$$x = \mathbf{5{,}30} \text{ Proz. Wasserstoff},$$
$$1{,}1196 \times 0{,}27273 = 0{,}305349 \text{ g Kohlenstoff},$$
$$0{,}502 : 0{,}305349 = 100 : x,$$
$$x = \mathbf{60{,}83} \text{ Proz. Kohlenstoff}$$

in der wasserfreien oder Trockensubstanz.

Bei 47,60 Proz. Wassergehalt der ungetrockneten Kohle bleiben 52,40 Proz. Trockensubstanz. Es ist also zur Umrechnung auf wasserhaltige, ungetrocknete Substanz anzusetzen:

$$100 : 5{,}30 = 52{,}40 : x,$$
$$x = 2{,}77 \text{ Proz. Wasserstoff},$$
$$100 : 60{,}83 = 52{,}40 : x,$$
$$x = 31{,}87 \text{ Proz. Kohlenstoff}.$$

Stellt man diese beiden Zahlen mit den oben für Wasser, Asche und Schwefel gefundenen zusammen, so ergibt sich die Zusammensetzung der ungetrockneten Braunkohle wie folgt:

31,87	Proz.	Kohlenstoff,
2,77	„	Wasserstoff,
1,97	„	Schwefel (in Form von Pyrit oder organisch),
5,45	„	Asche,
47,60	„	Wasser, und als Rest:
10,34	„	Sauerstoff (und Stickstoff),
100,00	Proz.	

(Der aus den beiden Wägungen des Schiffchens sich ergebende Aschegehalt würde sich nach den Ansätzen:

$$0{,}5020 : 0{,}0520 = 100 : x,$$
$$x = 10{,}36 \text{ Proz. Asche}$$

in wasserfreier und

$$100 : 10{,}36 = 52{,}4 : x$$
$$x = 5{,}4 \text{ Proz. Asche}$$

in ungetrockneter Kohle mit dem unter B gefundenen Betrage in diesem Falle decken.)

Wie aus dem Vorstehenden ersichtlich, wird bei der Elementaranalyse der Gehalt der verbrannten Substanz an Sauerstoff nicht bestimmt, sondern man sieht den Betrag, welcher nach Summierung der gefundenen Bestandteile an 100 fehlt, als Sauerstoffgehalt an und rechnet ihn als solchen in die Zusammenstellung ein. Er schließt auch den etwa vorhandenen Gehalt an Stickstoff ein, dessen Bestimmung für den vorliegenden Zweck wertlos sein würde und der Ausführung nicht bedarf.

E. Berechnung des Heizwertes auf Grund der Elementaranalyse.

Die bei chemischen Verbindungen, also auch bei den hier in Frage kommenden Verbrennungen auftretende, freie, nutzbare Wärme bestimmt man nach Wärme-Einheiten und nennt eine Wärme-Einheit (1 W.-E.) diejenige Menge Wärme, welche erforderlich ist, um die Temperatur von 1 kg Wasser von 0° auf + 1,0° C, also um den Betrag eines Wärmegrades, zu erhöhen. Unter Brennwert oder Heizwert eines Brennstoffs versteht man die Anzahl von Wärme-Einheiten, welche bei vollkommener Verbrennung von 1 kg desselben entwickelt wird.

Es beträgt nun der Heizwert des Kohlenstoffs bei seiner Verbrennung zu Kohlensäure 8080 W.-E., der des Wasserstoffs bei seiner Verbrennung zu Wasserdampf, wie er tatsächlich in unseren Feuerungen erzeugt wird, 28800 W.-E.[1]), der des Schwefels zu schwefliger Säure 2500 W.-E.

Auf Grund dieser Zahlenwerte vermag man, wenn durch die Analyse die prozentische, elementare Zusammensetzung eines Brennstoffs ermittelt worden ist, den Heizwert desselben annähernd zu berechnen, unter der Annahme, daß der Gesamtheizwert eines Brennstoffs

---

[1]) Die im Wasserdampf enthaltene latente Wärme = 600 W.-E. berechnet sich für 1 kg Wasserstoffgas, welches nach der chemischen Formel 9 kg Wasser erzeugt, zu 9 × 600 = 5400 W.-E. Zählt man diesen Betrag zu der obenstehenden Zahl 28800 hinzu, so erhält man als Verbrennungswärme oder Heizwert des Wasserstoffs zu flüssigem Wasser den Betrag von 34200 W.-E.

sich aus den Beträgen des Heizwertes seiner einzelnen Bestandteile zusammensetzt. Die für solche Berechnung aufgestellte Formel hat daneben noch den Umstand zu berücksichtigen, daß die mit dem Brennstoff zugeführte Feuchtigkeit, das in ihm enthaltene hygroskopische Wasser, bei der Verbrennung verdampft wird und dadurch, seiner Menge entsprechend, die nutzbare Verbrennungswärme herabdrückt und vermindert. 1 kg Wasser beansprucht dazu rund 600 W.-E. Von dem Gesamtbetrage des durch die Elementaranalyse gefundenen Wasserstoffs ist außerdem derjenige Betrag in Abzug zu bringen, welchen die in dem Brennstoff vorhandene Sauerstoffmenge zur Bildung von Wasser beansprucht. Da 16 Tle. Sauerstoff dazu rund 2 Tle. Wasserstoff, also $^1/_8$ der ermittelten Sauerstoffmenge benötigen, so ist auch dieser Betrag abzusetzen und erst der dann verbliebene Wasserstoffrest als verbrennend und somit wärmegebend mit in die Formel einzustellen.

Eine solche Formel zur Berechnung des Heizwertes hat zuerst Dulong aufgestellt und in ihr die Zahlenwerte aufgenommen, welche sich oben für die Verbrennungswärmen des Kohlenstoffs, Wasserstoffs und Schwefels aufgeführt finden[1]). Nach diesbezüglichen Beschlüssen des Vereins Deutscher Ingenieure und des Verbandes der Dampfkessel-Überwachungsvereine in Deutschland sind jene Zahlen teils neueren Ermittelungen gemäß berichtigt, teils aus praktischen Gründen abgerundet, und es ist danach die nachstehende, zurzeit in der Technik noch vielfach benutzte sog. „Verbandsformel“ aufgestellt worden.

Dieselbe lautet:

$$\text{W.-E.} = \frac{8100\,C + 29\,000\left(H - \frac{O}{8}\right) + 2500\,S - 600\,W}{100},$$

wobei C den Prozentgehalt an Kohlenstoff, H den an Wasserstoff, O den an Sauerstoff, S den an Schwefel, und W den Gehalt an hygroskopischem Wasser oder Feuchtigkeit bedeutet. Da die eingestellten analytischen Zahlen sich auf 100 Tle. der Kohle beziehen, die Anzahl der Wärme-Einheiten aber auf 1 Tl. Kohle ausgedrückt wird, so muß die sich ergebende Summe der Wärme-Einheiten natürlich, wie in der Formel angegeben, durch 100 dividiert werden.

Es sei beispielsweise der Heizwert der oben aufgeführten Braunkohle von nachstehender Zusammensetzung zu berechnen:

---

[1]) Die alte Dulongsche Formel lautete:

$$\text{W.-E.} = \frac{8080\,C + 28\,800\left(H - \frac{O}{8}\right) + 2500\,S - 600\,W}{100}.$$

Dabei ist angenommen, daß das Wasser in den Verbrennungsgasen als Dampf von 20° C entweicht.

31,87	Proz.	Kohlenstoff,
2,77	„	Wasserstoff,
1,97	„	Schwefel (verbrennlich),
10,34	„	Sauerstoff,
5,45	„	Asche,
47,60	„	Wasser,
100,00.		

Unter Einstellung der entsprechenden Zahlen in obige Formel erhält man dann W.-E.:

$$\frac{8100 \times 31,87 + 29000 \times \left(2,77 - \frac{10,34}{8}\right) + 2500 \times 1,97 - 600 \times 47,60}{100}$$

oder:

$$\text{W.-E.} = \frac{258147 + 42920 + 4925 - 28560}{100} = 2774.$$

Der Heizwert der Kohle beträgt demnach 2774 Wärmeeinheiten.

Bei vollkommener Verbrennung würde 1 kg solcher Braunkohle 2774 nutzbare Wärme-Einheiten entwickeln, also die Temperatur von 2774 kg Wasser von 0° auf 1° C zu erhöhen vermögen, oder was dasselbe ist, 277,4 kg Wasser von 0° auf 10° C oder 27,74 kg Wasser von 0° C auf 100° C, also zum Sieden bringen können.

Dividiert man jene Zahl mit 640, nämlich durch die Anzahl von Wärme-Einheiten, welche erforderlich sind, um 1 Tl. Wasser von 0° C in Dampf von 100° C zu verwandeln, so erhält man diejenige Zahl, welche ausdrückt, wie viele Gewichtsteile Wasser durch einen gleichen Gewichtsteil Kohle in der angegebenen Weise verdampft werden können.

Danach würde theoretisch 1 kg Kohle von obenstehender Zusammensetzung bei vollkommener Verbrennung und verlustfreier Ausnutzung der entstandenen Verbrennungswärme $\frac{2774}{640} = 4,3$ kg Wasser von 0° C in Dampf von 100° C umzuwandeln vermögen.

Die Ermittelung des im Fabrikbetriebe wirklich erreichbaren Heizwertes ist nur durch Verdampfungsversuche im Kesselhause selbst zu ermöglichen; bei guter Rostfeuerung und guter Bedienung sollen zwei Drittel, bei Gasfeuerung fünf Sechstel der theoretischen Leistung erzielt werden können[1]).

Die im vorstehenden dargelegte Berechnung des Heizwertes aus der Elementaranalyse schließt gewisse Fehler ein und gibt in vielen Fällen nur Annäherungswerte. Sie liefert aber doch nicht zu unterschätzende Anhaltspunkte für die Beurteilung der Brennstoffe, und die

[1]) Stühlen, Ingenieurkalender 1897, S. 95.

Analyse selbst ist auch in mäßig ausgestatteten Laboratorien und bei einiger Sorgfalt unschwer ausführbar. Eine völlig einwandsfreie Bestimmung des theoretischen Heizwertes ist zurzeit nur durch Verbrennung in geschlossenen Apparaten bei sehr hohem Druck (25 Atm.) ausführbar und zwar mittels der von Berthelot angegebenen, durch Mahler und Langbein verbesserten sogenannten kalorimetrischen Bombe, welche dementsprechend den kalorimetrischen Heizwert finden läßt. Der Apparat ist kostbar, er erfordert zu seiner Handhabung außerordentliches Geschick und viel Erfahrung, und die damit erhaltenen Werte bedingen eine sehr umständliche Berechnung. Er wird sich aus diesen Gründen in den Laboratorien der Zuckerfabriken schwerlich einführen lassen und es kann deshalb die umfangreiche Beschreibung des Apparates und der Arbeit mit ihm nicht Gegenstand der vorliegenden Anleitung sein[1]).

[1]) Eine eingehende Beschreibung der kalorimetrischen Bombe und ihres Gebrauches findet sich in „Posts chemisch-technischer Analyse. 3. Aufl. Friedr. Vieweg u. Sohn, 1908. Band I, S. 51“.

XI.

Rauch- und Ofengase.

Allgemeines.

Die chemische Untersuchung der aus den Feuerungen der Dampfkessel abziehenden Rauchgase dient zur Gewinnung eines sicheren Urteils über die Ausnutzung des Brennmaterials und über die sachgemäße Behandlung der Feuerungsanlagen. Sie läßt zahlenmäßig erkennen, ob der Verbrennungsvorgang in der richtigen Weise sich vollzog, oder ob durch eine fehlerhaft geführte Heizung, durch ungenügenden oder zu reichlichen Luftzutritt die Zusammensetzung der abziehenden Gase von der normalen Beschaffenheit abweicht.

Die Brenn- und Heizstoffe bestehen, abgesehen von den hier außer Betracht kommenden Asche- und Feuchtigkeitsmengen, im wesentlichen aus Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff und erfordern, je nach ihrer prozentischen Zusammensetzung, zur vollständigen Verbrennung der beiden erstgenannten Bestandteile neben dem ihnen von Natur eigenen Sauerstoff stets noch einen weiteren Zuschuß dieses Gases, also größere oder geringere Mengen der atmosphärischen, aus Sauerstoff und Stickstoff bestehenden Luft. Sie verbrennen alsdann zu Kohlensäure und Wasserdampf, welche, gemischt mit dem unveränderten Stickstoff der zugeführten Luft, geringen Mengen anderer Gasarten, dem aus der hygroskopischen Feuchtigkeit der Brennstoffe entstandenen Wasserdampf und überschüssig zugeführter, noch sauerstoffhaltiger Luft die sog. Feuerungs-, Rauch- oder Verbrennungsgase bilden.

Wird atmosphärische Luft, also Sauerstoff, in genügender Menge zugeführt, so entsteht als Verbrennungsprodukt des Kohlenstoffs nur Kohlensäure, die Verbrennung und Ausnutzung des Brennmaterials ist dann eine vollständige; mangelt es dagegen an zugeführtem Sauerstoff, so tritt infolge unvollständiger Verbrennung die niedrigere Oxydationsstufe des Kohlenstoffs, das Kohlenoxydgas, auf.

Es ist somit darauf hinzuwirken, daß die abziehenden Feuergase neben der Kohlensäure stets etwas freien Sauerstoff, also überschüssig zugeführte atmosphärische Luft enthalten, weil dadurch das Vorhandensein von Kohlenoxydgas von selbst ausgeschlossen und somit die vollständige Verbrennung und möglichste Ausnutzung des Brennmaterials gewährleistet wird.

Die gleiche Forderung ist auch an die aus den Kalköfen abgezogenen Saturationsgase zu stellen. Naturgemäß sind diese Gase viel reicher an Kohlensäure als die Rauchgase, da sie neben der durch die Verbrennung des Heizmaterials erzeugten auch die aus dem Kalkstein ausgetriebene Kohlensäure enthalten. Kalköfen von guter Einrichtung und sachgemäß bedient, liefern ein Saturationsgas mit durchschnittlich 30 Proz. Kohlensäure. Man regelt die Luftzuführung für die Öfen derart, daß die Untersuchung stets 0,5 bis 1,5 Proz. freien Sauerstoff nachweisen kann.

Ein solcher Gehalt bietet die Gewähr zunächst, daß das Saturationsgas rein ist, da es neben freiem Sauerstoff weder Kohlenoxyd noch auch Schwefelwasserstoff, welcher namentlich bei Braunkohlenfeuerung auftritt, enthalten kann[1]), es sichert das Einhalten dieser Grenzzahl sodann aber auch vor allzu reichlicher Luftzuführung, wodurch das Saturationsgas in lästiger Weise durch atmosphärische Luft verdünnt werden würde.

Die Entnahme der zu untersuchenden Gasproben aus den Zugkanälen der Feuerungsanlagen geschieht durch Vermittelung eines beiderseitig offenen Glas- oder Porzellanrohres, welches in die Wandung des Kanales eingelassen und sorgfältigst durch Verstreichen mit Lehm oder dergleichen gedichtet ist. Unmittelbar an dieses Rohr wird mittels gut schließender Glas- und Gummiverbindungen der Schlauch *d* (Fig. 130, S. 398) angebracht, welcher direkt zu dem Untersuchungsapparat führt, oder das Rohr wird mit einem Behälter verbunden, welcher zu der Aufnahme des Gases dient.

Über die Probenahme der Gase finden sich die erforderlichen Angaben bereits im Abschnitt VI, S. 348.

Die Untersuchung selbst beruht auf der Aufnahmefähigkeit gewisser Flüssigkeiten für die hier in Betracht kommenden drei Gasarten: Kohlensäure, Sauerstoff und Kohlenoxyd. Indem man aus einer abgemessenen Menge der Gasgemische die genannten Bestandteile einzeln nacheinander vermittelst Absorption hinwegnimmt, erfährt man durch Messung der jedesmal entstandenen Volumverringerung die Menge der absorbierten Bestandteile.

Zur Absorption der Kohlensäure dient eine konzentrierte Kalilauge. Es entsteht dabei Kaliumkarbonat, welches in Lösung geht.

---

[1]) Schwefelwasserstoffgas verbrennt mit atmosphärischer Luft zu Wasserdampf und schwefliger Säure. Die letztere, leicht in Wasser löslich, verbleibt in dem Wasser der Waschgefäße.

Den Sauerstoff bindet man durch eine alkalische Lösung von Pyrogallussäure, welche unter eintretender Schwärzung einen Oxydationsprozeß erleidet, wobei Kohlensäure und Essigsäure, welche im Entstehen durch das freie Alkali der Lösung gebunden werden, und braune, humusartige Stoffe gebildet werden; das Kohlenoxyd endlich nimmt man durch eine salzsaure Lösung von Kupferchlorür auf, welche dieses Gas löst und lose bindet. Gewisse Mängel, welche der letztgenannten Absorption anhaften, müssen unberücksichtigt bleiben, da ein anderweitiges, besser wirkendes Absorptionsmittel für Kohlenoxyd zurzeit nicht bekannt ist.

Ausführung der Untersuchung.

Den für diese Untersuchungen ursprünglich von Orsat ersonnenen und nach ihm benannten, von Fischer[1]) verbesserten Apparat zeigt in einer der gebräuchlichsten und übersichtlichsten Formen Fig. 130. Er ist derart von einem Holzgehäuse umschlossen, daß bei vollständigem Schutz der zerbrechlichen Teile zugleich ein sicherer und leichter Transport ermöglicht ist. Beim Gebrauche werden die Schiebetüren der Vorder- und Rückseite herausgenommen.

Zum Abmessen des zu untersuchenden Gases dient die Meßbürette *A*, welche vom Nullpunkte bis zur oberen Marke genau 100 ccm faßt und auf dem unteren, beim Ablesen hauptsächlich in Benutzung kommenden Teile in zehntel, auf dem oberen Teile in ganze Cubikcentimeter geteilt ist. Zur tunlichsten Vermeidung von Temperaturschwankungen in der abgemessenen Gasmenge ist die Bürette in ihrer ganzen Länge von einem weiteren, mit Wasser gefüllten Zylinder umgeben; sie steht unten mittels eines langen, den Quetschhahn *s* tragenden Gummischlauches mit der Druckflasche *L* in Verbindung und trägt oben die starkwandige Glasröhre *i* von ganz geringer innerer Weite, welche zu den mit Glashähnen abschließbaren Absorptionsgefäßen *D*, *E* und *F* und weiter zu dem Dreiwegehahn *c* führt, welcher die Zuleitung des zu untersuchenden Gases vermittelt. Um dieses vor dem Eintritt in den Apparat von etwa mitgerissenem Staub und Ruß zu befreien und zugleich mit Feuchtigkeit zu sättigen, ist dem Glashahn *c* die mit Glaswolle und einer kleinen Menge Wasser (1,0 ccm) versehene U-förmige Röhre *B* vorgelegt. Der Anschluß an die Gaszuführung geschieht durch den Schlauch *d*. Der Dreiwegehahn *c* besitzt an seinem nach hinten gerichteten Ende als Fortsetzung der einen Durchbohrung einen Röhrenansatz, der durch den Schlauch *a* mit der aus Gummi hergestellten Saug- und Druckpumpe *C* in Verbindung steht. Diese Vorrichtung hat den

[1]) Fischer, Die chemische Technologie der Brennstoffe. Braunschweig, Friedr. Vieweg u. Sohn.

Zweck, das Gaszuführungsrohr und die Röhre *B* mit dem zu untersuchenden Gase anzufüllen.

Fig. 180.

Die Absorption selbst der Kohlensäure, des Sauerstoffs und des Kohlenoxydes in den zu prüfenden Gasgemischen geschieht in den U-förmigen Doppelgefäßen *D*, *E* und *F*, deren nach vorn gerichtete

Körper, um die Oberfläche der absorbierenden Flüssigkeiten zu vergrößern, mit offenen Glasröhren angefüllt und durch die drei Glashähne mit der zu der Bürette *A* führenden Rohrleitung verbunden sind. Rückseitig tragen alle drei bei *n* ein gemeinschaftliches Verschlußrohr mit der Gummiblase *G*, welche dazu dient, die atmosphärische Luft während der Tätigkeit der Absorptionsgefäße abzuhalten.

Soll der Apparat gebraucht werden, so füllt man zunächst den die Bürette *A* umschließenden Zylinder sowie die Flasche *L* bis zu der aus der Zeichnung ersichtlichen Höhe mit destilliertem Wasser, öffnet die Absorptionsgefäße durch Entfernung der mit der Blase *G* versehenen Verschlußröhre und gießt bei *n* mittels eines Trichters in das Gefäß *D* Kalilauge, in das Gefäß *E* die alkalische Lösung von Pyrogallussäure, in das Gefäß *F* endlich die salzsaure Kupferchlorürlösung, und zwar von jeder Flüssigkeit so viel, daß die Gefäße etwas mehr als zur Hälfte angefüllt sind [1]).

Man schließt nun die Glashähne an *D*, *E* und *F*, stellt den Dreiwegehahn *c* wagerecht, d. h. nach außen, nach *B* hin offen, setzt die Druckflasche *L* oben auf den Apparat, läßt durch Lüften des Quetschhahns *s* die Bürette *A* sich füllen und stellt *c* durch Drehung nach links senkrecht, wodurch also die Verbindung nach außen wieder geschlossen ist. Nun nimmt man die Flasche *L* herab, öffnet den Glashahn an *D* (zu senkrechter Stellung) und lüftet vorsichtig den Quetschhahn *s*. Durch das dadurch erfolgende Sinken des Wassers in *A* wird nun die Kalilauge im vorderen Gefäße von *D* emporgezogen und unter unausgesetzter Beobachtung der aufsteigenden Lauge läßt man dieselbe bis an die Marke *m* treten. Dann schließt man den Glashahn an *D* und verfährt zunächst mit *E*, darauf mit *F* genau in gleicher Weise, so daß die Flüssigkeiten der drei Gefäße überall an den Marken *m* stehen. Nachdem nunmehr die Absorptionsgefäße mit dem die Gummiblase *G* tragenden Glasrohr wieder verschlossen sind, verbindet man den Apparat vermittelst des Schlauches *d* mit der Leitung, welche das zu untersuchende Gas einschließt oder herbeiführt, und stellt *c* wagerecht.

Vor Beginn der eigentlichen Untersuchung prüft man, ob der Apparat allseitig dicht hält. Man schließt zu diesem Zwecke den Schlauch *d* an seinem äußersten Ende mittels eines Quetschhahns und öffnet bei herabgenommener Flasche *L* den Quetschhahn *s*. Schließt der Apparat völlig dicht, so wird die Wassersäule in *A* sofort um einen kleinen Betrag sinken, dann aber ohne die geringste weitere Abnahme stehen bleiben; findet sich jedoch an irgend einer Gummi- oder Hahnverbindung auch nur eine kleine Undichtigkeit, so sinkt die Wassersäule langsam tiefer.

---

[1]) Die Bereitung dieser Absorptionsflüssigkeiten ist im Anhange angegeben. Die Glasröhren in *F* enthalten Kupferdrahtspiralen, welche den Zweck haben, eine Oxydation des Kupferchlorürs zu Kupferchlorid, welche bei Gegenwart metallischen Kupfers nicht eintritt, nach Möglichkeit zu verhindern.

Durch sorgsames Einfetten der Hähne und Umschnürung oder Erneuerung der Gummiverbindungen muß dieser Fehler gehoben werden.

Fig. 131.

Zur *Ausführung der eigentlichen Untersuchung* füllt man zunächst die Bürette *A* bis zur Marke mit Wasser, stellt den Hahn *c* senkrecht (nach *B* hin offen) und saugt durch 10- bis 15maliges Zu-

sammenpressen der Pumpe C so lange Gas an, bis der Schlauch d und die Röhre B bis zu c sicher mit demselben gefüllt sind[1]). Jetzt stellt man c wagerecht, setzt L herab, öffnet s, läßt durch das Herabsinken des Wassers die Bürette A genau bis zum Nullpunkte mit dem zu untersuchenden Gase sich füllen und schließt c. Die so abgemessene Menge Gas wird analysiert.

Man bestimmt zunächst den Gehalt an Kohlensäure, welche durch die in D befindliche Kalilauge absorbiert werden muß, öffnet zu diesem Zwecke den Glashahn an D, hebt die Flasche L und drückt das Gas aus der Bürette A durch Öffnen des Quetschhahns s nach D über. Durch abwechselndes Heben und Senken der in der einen Hand befindlichen Flasche L, während man mit der anderen den Quetschhahn offen hält, bringt man Lauge und Gas wiederholt in Berührung, läßt endlich nach vollendeter Absorption die Lauge in D wieder bis zur Marke m steigen und schließt den Glashahn.

Durch die Bindung, die Hinwegnahme der vorhandenen Kohlensäure, ist nun das Volumen der in der Bürette A befindlichen Gasmenge entsprechend verkleinert, und da die Bürette in 100 Tle. geteilt ist, so ist die abzulesende Verringerung des Volumens zugleich der Prozentgehalt des untersuchten Gases an Kohlensäure. — Zum Zwecke der genauen Ablesung öffnet man mit der linken Hand den Quetschhahn s, hält mit der rechten Hand die Flasche L an der äußeren Seitenwand des Apparates so neben die Bürette A, daß die Oberfläche des Wassers in beiden Gefäßen gleich hoch steht — Druckunterschiede also ausgeglichen sind —, schließt den Quetschhahn wieder und liest ab. Steht die Wassersäule in der Bürette A beispielsweise auf 32,4, so hat das untersuchte Gas 32,4 Proz. Kohlensäure enthalten.

Genau in derselben Weise verfährt man nun zunächst mit dem Gefäße E, dessen Inhalt den noch vorhandenen freien Sauerstoff absorbiert und schließlich, falls solcher nicht zugegen war, der Stand des Wassers in der Bürette A also nicht abgenommen hatte, mit Gefäß F, dessen Inhalt die Menge des etwa anwesenden Kohlenoxydgases bestimmen läßt.

Der danach in der Bürette A verbleibende Rest des untersuchten Gases besteht im wesentlichen nur noch aus dem unveränderten Stickstoff der in den Verbrennungsherd eingetretenen atmosphärischen Luft.

Nach beendeter Analyse stellt man den Hahn c wagerecht, füllt die Bürette A wieder mit Wasser, schließt c wieder, saugt mittels der Pumpe C die Zuleitungsröhren voll Gas und kann dann sofort eine

[1]) Man drückt zu diesem Zwecke C mit der linken Hand zusammen, schließt mit dem Daumen der rechten Hand den Ansatz r und öffnet die linke Hand wieder. Beim Aufblähen saugt C das Gas an, man hebt den Daumen, schließt die linke Hand wieder und wechselt in dieser Weise regelmäßig ab.

neue Untersuchung beginnen. Die Füllung der Absorptionsgefäße genügt für eine sehr große Anzahl von Einzelbestimmungen.

Man hat die größte Achtsamkeit aufzuwenden, daß beim Emporsteigen der Absorptionsflüssigkeiten in *D*, *E* und *F* dieselben nicht über die Marke in die Verbindungsröhren gelangen. Ist dieser Fall trotzdem eingetreten, so muß man den Schlauch *a* von dem Hahn *c* abnehmen, den letzteren senkrecht (nach innen offen) stellen und durch Heben von *L* bei offenem Quetschhahn *s* so lange Wasser durch die Röhren laufen lassen, bis dieselben vollständig rein sind. Ist das Wasser in der Bürette *A* verunreinigt worden, so muß dasselbe vollständig erneuert werden.

Beispiele. 1. Kalkofengase (Saturationsgase).

Erste Ablesung, nach Absorption in *D*,			
= 32,4 ccm . . . . =	32,4	Proz.	Kohlensäure,
zweite Ablesung, nach Absorption in *E*,			
= 33,7 ccm . . . . 33,7 — 32,4 =	1,3	„	Sauerstoff,
bei Anwesenheit von freiem Sauerstoff konnte Kohlenoxyd nicht vorhanden sein, also . . . . =	0,0	„	Kohlenoxyd,
und mithin Rest . . . . =	66,3	„	Stickstoff,
	100,0	Proz.	

2. Kesselfeuerungsgase (aus dem Fuchs).

a) Erste Ablesung, nach Absorption in *D*,			
= 14,5 ccm . . . . =	14,5	Proz.	Kohlensäure,
zweite Ablesung, nach Absorption in *E*,			
= 18 6 ccm . . . . 18,6 — 14,5 =	4,1	„	Sauerstoff,
dementsprechend wie oben . . =	0,0	„	Kohlenoxyd,
und Rest . . . . =	81,4	„	Stickstoff.
	100,0	Proz.	
b) Erste Ablesung, nach Absorption in *D*,			
= 10,0 ccm . . . . =	10,0	Proz.	Kohlensäure,
zweite Ablesung, nach Absorption in *E*,			
= 10,0 ccm . . . . =	0,0	„	Sauerstoff,
dritte Ablesung, nach Absorption in *F*,			
= 11,5 ccm . . . . 11,5 — 10,0 =	1,5	„	Kohlenoxyd,
Rest . . . . =	88,5	„	Stickstoff,
	100,0	Proz.	

Nach diesen Angaben würde bei 2, b) ungenügender Luftzutritt, mithin unvollständige Ausnutzung des Brennmaterials festgestellt sein.

XII.

Melassenschlempekohle.

Die in den verschiedenen Betrieben der Zuckerfabrikation schließlich verbleibenden Restmelassen, welche zur Gewinnung kristallisierten Zuckers sich nicht mehr eignen, werden, soweit sie nicht zu Fütterungs- und anderen Zwecken Verwendung finden, an die Brennereien abgegeben und dienen zur Fabrikation von Alkohol.

Nach der Gewinnung desselben verbleibt ein Destillationsrückstand, die Schlempe, in welcher alle diejenigen Bestandteile der Rübenmelassen sich vereinigt finden, welche bei dem Brennereiprozeß einer Zersetzung oder Verflüchtigung nicht unterworfen gewesen sind, darunter sämtliche Salze der Melassen, welche zum größten Teile aus wertvollen Kaliumverbindungen bestehen.

Die Gewinnung und Verwertung dieser Kaliumsalze ist der Zweck der Schlempeverkohlung. Die Schlempe wird eingedampft, und der trockene Rückstand bis zur völligen Verkohlung bzw. Verbrennung der vorhandenen organischen Stoffe erhitzt.

Es bleibt bei solcher Verkohlung eine bei gut durchgeglühter Ware weißliche oder hellgraue, bei ungar ausgebrannter, von kohligen Resten der verbrannten Stoffe schwarz oder grauschwarz gefärbte, zum Teil zusammengesinterte, grobstückige Salzmasse, welche als Melassenschlempekohle in den Handel gebracht und in chemischen Fabriken zur Herstellung reiner Kaliumverbindungen benutzt wird. Ihr Handelswert bemißt sich fast ausschließlich nach ihrem Gehalt an kohlensaurem Kalium, welches durch die Verbrennung organisch-saurer Kaliumsalze entstand; von untergeordneter Bedeutung sind Chlorkalium, Kaliumsulfat und geringe Mengen Kaliumphosphat und Kaliumsilikat. Außerdem enthält die Schlempekohle kohlensaures Natrium, mehr oder weniger Feuchtigkeit und wechselnde Mengen von in Wasser unlöslichen Verunreinigungen organischer und anorganischer Natur: Kohle, Sand und Ton.

Man verlangt im Handel bei der Schlempekohlenanalyse die Angabe aller einzelnen Bestandteile; ihre Ausführung geschieht im wesentlichen nach der bewährten und allgemein angewendeten Methode von Heyer[1]).

Die Eigenschaft des Hauptbestandteiles, des kohlensauren Kaliums, mit großer Begierde Feuchtigkeit aus der Luft anzuziehen, bedingt ein rasches Arbeiten bei der Entnahme der Probe, bei deren Mischung und Zerkleinerung; einen guten Verschluß der gepulverten Substanz und schließlich tunlichste Beschleunigung der betreffenden Wägungen.

Das Beispiel findet sich auch hier am Schlusse des Artikels zusammengefaßt.

A. Bestimmung der Feuchtigkeit.

Man füllt etwa 6 bis 10 g der gepulverten Schlempekohle in ein vorher gewogenes Filtertrockenglas (Fig. 104, S. 254), verschließt dasselbe, wägt genau aus und trocknet bei 140° C bis zur Gewichtsbeständigkeit. Die Gewichtsabnahme wird als „Feuchtigkeit" berechnet.

B. Bestimmung des in Wasser unlöslichen Rückstandes.

Auf dem Tarierblech wägt man 20,0 g Substanz schnell, aber genau ab, schüttet dieselben vorsichtig in ein großes Becherglas oder eine tiefe Porzellanschale, worin etwa 250 ccm heißes Wasser befindlich, kocht auf und erhitzt unter häufigem Umrühren noch 15 Minuten lang auf siedendem Wasserbade. Die entstandene Lösung filtriert man heiß durch ein vorher bei 110° C getrocknetes und gewogenes Filter (s. S. 255) in einen 500-ccm-Kolben, wäscht, nachdem der kohlige Rückstand verlustlos auf dem Filter vereinigt worden ist, denselben mit kochendem Wasser vollständig aus, trocknet bei 110° C und wägt ihn nach dem Erkalten im verschlossenen Glase. Das Mehrgewicht ist das „Unlösliche", welches als solches, auf Prozente berechnet, in die Analyse eingestellt wird. Liegt Veranlassung vor, den darin vorhandenen Anteil in mineralischen Stoffen, also Sand und Ton, besonders zu bestimmen, so verbrennt man Filter mit Inhalt im gewogenen Platinschälchen, glüht bis zur völligen Veraschung der kohligen Bestandteile, bestimmt den Glühverlust durch abermalige Wägung und stellt denselben als „Kohle", den verbleibenden Rückstand als „Sand und Ton" in Rechnung.

Das erkaltete Filtrat wird mit destilliertem Wasser auf 500 ccm aufgefüllt und dient, gut gemischt, zu allen ferneren Bestimmungen. Man berücksichtige, daß demnächst bei einem Zusatz von Säuren zum Filtrat unter lebhaftem Aufbrausen Kohlensäure entweicht und daß deshalb durch eine passende Wahl des Gefäßes oder durch geeignete Bedeckung desselben ein Verspritzen der Lösung verhütet werden muß.

---

[1]) Heyer, Handelsanalyse der Schlempekohle, Chem.-Ztg. 1891, XV, Nr. 82.

C. Bestimmung der Alkalisalze.

Zieht man die Summe der nach A und B ermittelten Beträge für Feuchtigkeit und Unlösliches von 100 ab, so verbleibt als Rest die Menge der gesamten löslichen Alkalisalze in Prozenten.

D. Bestimmung des Chlorkaliums.

25 ccm des bei B erhaltenen Filtrats (= 1,0 g Schlempekohle) werden in ein Becherglas abgemessen und mit Salpetersäure vorsichtig neutralisiert. Man verfährt derart, daß man die Flüssigkeit zunächst schwach sauer macht — ein hineingeworfenes kleines Stückchen Lackmuspapier dient zum Nachweis — und darauf den Überschuß der Säure durch eine kleine Menge Ammoniak fortnimmt, so daß das Lackmuspapier deutlich blau erscheint. Man bringt die Flüssigkeit dann einige Zeit zum gelinden Sieden, um das überschüssig zugesetzte Ammoniak wieder auszutreiben. Gleichzeitig wird durch das Kochen Schwefelwasserstoffgas, welches aus etwa vorhandenem Schwefelkalium sich bilden kann und etwa auftretende Cyanwasserstoffsäure [1]) entfernt. Nach dem Erkalten bestimmt man das Chlor titrimetrisch nach Zusatz einiger Tropfen von Kaliumchromatlösung mit zehntel-normaler Silberlösung, wie S. 305 unter G angegeben. 1 ccm derselben zeigt 0,00746 g Chlorkalium an; durch Multiplikation der Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter mit diesem Faktor ergibt sich der Gehalt an Chlorkalium in 1,0 g Substanz.

E. Bestimmung des schwefelsauren Kaliums und des Schwefelkaliums.

a) Bestimmung des schwefelsauren Kaliums.

Man übersättigt 25 ccm (entsprechend 1,0 g Kohle) des bei B hergestellten Filtrats mit Salzsäure, fällt in der Hitze mit Chlorbaryumlösung, bestimmt das erhaltene Baryumsulfat wie bei E, S. 303, angegeben und multipliziert dessen Gewicht mit 0,7465. Der erhaltene Betrag ist gleich dem vorhandenen Gehalt an Kaliumsulfat in 1,0 g Kohle.

b) Bestimmung des Schwefelkaliums.

25 ccm des bei B erhaltenen Filtrats (= 1,0 g Kohle) werden in einem Becherglase mit etwa 75 ccm Wasser verdünnt, nach Zusatz von

---

[1]) Schlempekohlen enthalten nicht selten etwas Cyankalium (KCN), welches beim Glühen stickstoffhaltiger organischer Stoffe in Gegenwart von Kohle und kohlensaurem Kalium sich leicht bildet ($K_2CO_3 + 2N + 4C = 2KCN + 3CO$) und das, mit Säuren zusammengebracht, Cyanwasserstoffsäure entwickelt. Da dieselbe Silber ebenfalls fällt, so würde die Titration, wenn man die Säure nicht durch das Kochen entfernt, zu hoch ausfallen.

ausreichenden Mengen Bromwasser (s. Anhang) erhitzt und etwa eine Viertelstunde lang im Kochen erhalten. Die Flüssigkeit muß dann noch etwas Brom enthalten und davon schwach gelb gefärbt erscheinen.

Das bei der Fabrikation der Schlempekohle infolge der reduzierenden Wirkung von Kohlenstoff auf die Säure des Sulfats etwa entstandene Schwefelkalium (auch wohl etwa entstandenes unterschwefligsaures Kalium) wird durch diese Behandlung mit Brom wieder in schwefelsaures Kalium zurückgeführt; man übersättigt, nachdem dies so geschehen, mit Salzsäure, erhitzt so lange, bis die Flüssigkeit farblos geworden und der Geruch nach Brom vollständig verschwunden. und fügt Chlorbaryumlösung hinzu, welche man zweckmäßig in einer Reagenzröhre vorher erwärmte.

In betreff der weiteren Behandlung des ausfallenden Niederschlages von Baryumsulfat verfährt man wie bei a); das Gewicht desselben, mit dem Faktor 0,7465 multipliziert, gibt die auf 1,0 g Schlempekohle entfallende Menge schwefelsaures Kalium, die sich aus dem Gesamtschwefelgehalt der Kohle berechnen würde.

Der Unterschied zwischen dieser und der bei a) erhaltenen Zahl entspricht dem vorhanden gewesenen Schwefelkalium. Eine Multiplikation des hierfür sich ergebenden Betrages mit dem Faktor 0,6328 läßt den Gehalt an Schwefelkalium in 1,0 g Schlempekohle finden.

F. Bestimmung des kieselsauren und des phosphorsauren Kaliums.

250 ccm des bei B erhaltenen Filtrats (= 10,0 g Substanz) werden nach Übersättigung derselben mit Salzsäure in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade verdampft, bis der Rückstand staubtrocken erscheint. Nach Durchfeuchten desselben mit Salzsäure und Zusatz von heißem Wasser filtriert man die unlöslich gewordene Kieselsäure ab, wäscht gut aus, trocknet den Niederschlag, glüht ihn im Platinschälchen und bestimmt sein Gewicht. Aus dem mit den Waschwässern vereinigten und mit etwas Salpetersäure versetzten Filtrat wird die vorhandene Phosphorsäure mittels Zusatz einer Lösung von molybdänsaurem Ammon ausgeschieden. Die Fällung selbst und die weitere Behandlung des gelben Niederschlages wird nach den diesbezüglichen Vorschriften des Abschnittes XIII, „Künstliche Düngemittel. Allgemeines. II. Bestimmung der Phosphorsäure, B“, ausgeführt. Das Gewicht des schließlich zur Wägung gelangenden Magnesiumpyrophosphates, multipliziert mit dem Faktor 1,9071, ergibt den Gehalt an phosphorsaurem Kalium, das Gewicht der Kieselsäure, multipliziert mit dem Faktor 2,5620, den Gehalt an kieselsaurem Kalium in 10,0 g Schlempekohle.

G. Bestimmung des kohlensauren Kaliums.

25 ccm des bei B erhaltenen Filtrats (= 1,0 g Schlempekohle) bringt man in ein 100-ccm-Kölbchen, übersättigt mit Salzsäure, erhitzt

zum Sieden und setzt dann genau so viel einer Chlorbaryumlösung von bestimmtem Gehalt hinzu, als erforderlich ist, um die nach E ermittelte Menge Schwefelsäure vollständig auszufällen[1]). Nach dem Erkalten füllt man, ohne den entstandenen geringen Niederschlag zu berücksichtigen, mit destilliertem Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein ungenäßtes Filter in ein trockenes Glas. In 20 ccm des klaren Filtrats (= 0,2 g Schlempekohle) bestimmt man das Kali nach der diesbezüglichen Vorschrift des Abschnittes XIII, „Künstliche Düngemittel. Allgemeines. III", durch Fällung mit Platinchlorid. Das Gewicht des erhaltenen Kaliumplatinsalzes, multipliziert mit dem Faktor 0,2844 g, ergibt den Gesamtkaliumgehalt von 0,2 g Schlempekohle, als kohlensaures Kalium ausgedrückt.

Rechnet man nach demnächstiger Umrechnung auf Prozente die unter D, E und F gefundenen Mengen von Chlorkalium, Schwefelkalium, schwefelsaurem, kieselsaurem und phosphorsaurem Kalium ebenfalls auf die entsprechenden Mengen kohlensauren Kaliums um und bringt sie von der bei G ermittelten Gesamtmenge in Abzug, so bleibt als Rest der Betrag für das in der Schlempekohle tatsächlich vorhanden gewesene kohlensaure Kalium.

H. Bestimmung des kohlensauren Natriums.

Zieht man die Summe der im vorstehenden ermittelten Kalisalze (Chlorkalium, Schwefelkalium, kohlensaures, schwefelsaures, kieselsaures und phosphorsaures Kalium) von dem unter C gefundenen Betrage der Alkalisalze ab, so bleibt als Rest der Betrag des vorhandenen kohlensauren Natriums.

Gesamtbeispiel. Zur Feuchtigkeitsbestimmung sind abgewogen worden 10,0 g Schlempekohle, welche nach völligem Austrocknen bei 140° C = 0,270 g Gewichtsverlust aufweisen.

$$10 : 0{,}270 = 100 : x,$$
$$x = 2{,}70 \text{ Proz. Feuchtigkeit.}$$

20,0 g Kohle gaben 3,658 g in Wasser unlöslichen, bei 110° C getrockneten Gesamtrückstand, welcher nach dem Veraschen 3,312 g mineralischen Rückstand hinterließ.

---

[1]) Diese Chlorbaryumlösung muß in 100 ccm 1,047 g kristallisiertes Chlorbaryum enthalten, d. h. so viel, als nötig ist, um 1,0 g schwefelsaures Baryum zu bilden; 0,1 ccm bildet also 0,001 g des letzteren. Man hat demnach bei obiger Bestimmung für jedes Milligramm schwefelsauren Baryums, welches bei der Bestimmung unter E zur Wägung kam, hier 1 Zehntel Cubikcentimeter der Chlorbaryumlösung zuzusetzen, um alle Schwefelsäure auszufällen. Das unten angeführte Beispiel läßt aus 1,0 g Kohle 0,1775 g oder 177,5 mg schwefelsaures Baryum finden, mithin sind bei G, wo man dieselbe Menge Substanz in Arbeit hat, 177,5 × 0,1 = 17,75 ccm obiger Chlorbaryumlösung zuzufügen.

$$20{,}0 : 3{,}658 = 100 : x,$$

$x =$ **18,290** Proz. Unlösliches, davon

$$20{,}0 : 3{,}312 = 100 : x,$$

$x =$ **16,560** Proz. Sand und Ton und der Rest:

18,290 — 16,560 = **1,73** Proz. Kohle.

Die Summe der Beträge für Feuchtigkeit und Unlösliches, 2,70 + 18 29 = 20,99, läßt unter Bezugnahme auf das, was unter C gesagt,

79,01 Proz. Alkalisalze berechnen.

Bei der Chlortitration wurden zu 25 ccm des unter B erhaltenen Filtrats (= 1,0 g Kohle) 28,50 ccm zehntel-normale Silberlösung gebraucht.

28,50 × 0,00746 = 0,21261 g oder
21,26 Proz. Chlorkalium.

(Durch Multiplikation des letztaufgeführten Betrages mit dem Faktor 0,9268 berechnet sich die dem Kaliumgehalt entsprechende Menge kohlensaures Kalium, also

21,26 × 0,9268 = 19,70 Proz.)

Die Bestimmung des schwefelsauren Kaliums unter E a) ließ aus 1,0 g Kohle 0,1775 g schwefelsaures Baryum finden, entsprechend

0,1775 × 0,7465 = 0,13250 g oder
13,25 Proz. schwefelsaures Kalium.

(Dieser Betrag, auf kohlensaures Kalium mittels des Faktors 0,7930 umgerechnet, ergibt:

13,25 × 0,7930 = 10,51 Proz.)

Bei der Bestimmung des Schwefelkaliums unter E b) sind aus 1,0 g Kohle 0,1848 g schwefelsaures Baryum gefunden, entsprechend

0,1848 × 0,7465 = 0,13795 oder
13,80 Proz. schwefelsaures Kalium

(aus dem Gesamtschwefelgehalt berechnet).

13,80 Proz. schwefelsaures Kalium,
— 13,25 „ „ „

läßt 0,55 Proz. schwefelsaures Kalium, ein Betrag, dessen Schwefel ursprünglich als Schwefelkalium vorhanden war. Mithin

0,55 × 0,6328 = **0,34** Proz. Schwefelkalium.

(Dieser Betrag, auf kohlensaures Kalium mittels des Faktors 1,2533 umgerechnet, ergibt:

0,55 × 1,2533 = 0,43 Proz.)

Bei der Kieselsäure- und Phosphorsäurebestimmung wurden 250 ccm Filtrat = 10,0 g Kohle in Arbeit genommen, welche bei der Schluß-

wägung 0,124 g pyrophosphorsaures Magnesium und 0,0133 g Kieselsäure lieferten. Zur Umrechnung auf phosphorsaures Kalium dient der Faktor 1,9071, auf kieselsaures Kalium der Faktor 2,5620. Es berechnen sich somit auf 10 g Kohle:

$$0{,}0124 \times 1{,}9071 = 0{,}02364\,\text{g oder}$$
0,24 Proz. phosphorsaures Kalium

und

$$0{,}0133 \times 2{,}5620 = 0{,}03407\,\text{g oder}$$
0,34 Proz. kieselsaures Kalium.

(Die Umrechnung des Betrages für phosphorsaures Kalium auf kohlensaures Kalium mittels des Faktors 0,9764 ergibt:

$$0{,}24 \times 0{,}9764 = 0{,}23 \text{ Proz},$$

die gleiche Umrechnung des kieselsauren Kaliums mittels des Faktors 0,8945 gibt:

$$0{,}34 \times 0{,}8945 = 0{,}30 \text{ Proz.})$$

Zur Bestimmung des Gesamtkaliumgehaltes unter G sind 0,20 g Kohle verwendet und daraus 0,4760 g Kaliumplatinchlorid gewonnen, entsprechend:

$$0{,}476 \times 0{,}2844 = 0{,}13537\,\text{g kohlensaures Kalium.}$$
$$0{,}20 : 0{,}13577 = 100 : x,$$
$$x = 67{,}69 \text{ Proz. (aus dem Gesamtkaliumgehalt berechnet).}$$

Von diesem Betrage sind aber die oben berechneten Mengen abzusetzen und zwar:

für 21,26	Proz.	Chlorkalium . . .	=	19,70	Proz. kohlensaures Kalium,
„ 13,25	„	schwefels. Kalium .	=	10,51	„ „ „
„ 0,34	„	Schwefelkalium . .	=	0,43	„ „ „
„ 0,24	„	phosphors. Kalium.	=	0,23	„ „ „
„ 0,34	„	kiesels. Kalium . .	=	0,30	„ „ „
		zusammen . . .		31,17	Proz.,

so daß als tatsächlich vorhanden gewesen:

$$67{,}69 - 31{,}17 = \mathbf{36{,}52} \text{ Proz. kohlensaures Kalium verbleiben.}$$

Nach dem Vorstehenden beträgt demnach der Gehalt an Kaliumsalzen in der Schlempekohle:

	21,26	Proz.	Chlorkalium,
	13,25	„	schwefelsaures Kalium,
	0,34	„	Schwefelkalium,
	0,24	„	phosphorsaures Kalium,
	0,34	„	kieselsaures Kalium,
	36,52	„	kohlensaures Kalium,
zusammen:	71,95	Proz.	

Zieht man nun schließlich diesen Betrag von dem unter C gefundenen Prozentgehalt der Kohle an Alkalisalzen ab:

79,01 Proz.
— 71,95 „

so verbleiben als Rest 7,06 Proz., welche den Gehalt der Schlempekohle an kohlensaurem Natrium darstellen.

Die Schlempekohle besitzt demnach folgende Zusammensetzung:

36,52	Proz.	kohlensaures Kalium,
21,26	„	Chlorkalium,
13,25	„	schwefelsaures Kalium,
0,34	„	Schwefelkalium,
0,24	„	phosphorsaures Kalium,
0,34	„	kieselsaures Kalium,
7,06	„	kohlensaures Natrium,
18,29	„	Unlösliches (davon 1,73 Proz. Kohle, 16,56 „ Sand und Ton),
2,70	„	Feuchtigkeit,
100.00	Proz.	

XIII.

Künstliche Düngemittel.

Allgemeines.

Mit dem Namen künstliche Düngemittel bezeichnet man, im Gegensatz zu den natürlichen, dem Stalldünger, den mit Stroh, Laub und Abfällen der verschiedensten Art vermischten tierischen und menschlichen Auswürfen, solche Substanzen, welche einen oder mehrere der für das Gedeihen der Pflanze notwendigen Nährstoffe in mehr oder weniger reinem Zustande und in einer zweckentsprechenden chemischen Verbindung enthalten.

Es sind diese künstlichen Düngemittel teils solche Stoffe, welche sich fertig gebildet in der Natur vorfinden, wie der Chilesalpeter und gewisse Kalisalze, teils und in überwiegender Menge solche, welche zu ihrer Herstellung eine besondere Bearbeitung natürlich vorkommender Rohstoffe erfordern, wie die Superphosphate.

Unter den Substanzen, welche die Pflanzen während ihres Wachstums dem Boden entziehen, in sich aufspeichern oder bei der Bildung neuer Organe verwenden, nehmen hauptsächlich drei, der Stickstoff, die Phosphorsäure und das Kali, einen hervorragenden Platz ein. In einer Menge, welche die der übrigen, daneben aufgenommenen Pflanzennährstoffe weit übersteigt, bilden sie Hauptbestandteile der dem Lande abgewonnenen Ernteerträge, und durch solchen Verlust wird nach einer Reihe von Ernten der Boden an diesen wertvollen Stoffen arm und erschöpft. Ihr Ersatz ist daher zur dauernden Erzielung reichlicher Ernten am meisten geboten, und infolgedessen sind es auch gerade diese drei Stoffe, welche bei der Mehrzahl der künstlichen Düngemittel des Handels die Bedeutung derselben als solche und ihren Geldwert ausmachen und bestimmen.

Die Wirksamkeit eines Düngemittels ist neben anderen, hier nicht zu berücksichtigenden Umständen abhängig teils von der Menge der darin enthaltenen Pflanzennährstoffe, teils von der chemischen, teils von der mechanischen Beschaffenheit derselben. Neben einem reichlichen

Vorkommen muß der betreffende Nährstoff eine Form besitzen oder leicht in eine solche übergehen können, welche es der Pflanze möglich macht, sich denselben vermittelst ihrer Wurzelorgane anzueignen, denselben assimilieren zu können, und es wird diese Assimilierbarkeit durch eine möglichst feine Zerteilung — zumeist durch einen trockenen, pulverförmigen Zustand — befördert und beschleunigt.

Man findet selten künstliche Düngemittel im Handel, welche Phosphorsäure, Stickstoff und Kali zugleich enthalten, viele enthalten die beiden ersteren, die meisten nur je einen dieser Bestandteile. Es beschränkt sich demgemäß die chemische Untersuchung fast nur auf die quantitative Bestimmung eines oder mehrerer dieser drei Stoffe, indem sie gleichzeitig die Grundlage für die Feststellung des betreffenden Marktpreises abgibt.

Der gesonderten Betrachtung der am meisten verwendeten und wichtigsten Arten der künstlichen Düngemittel und ihrer Untersuchung lassen wir die Beschreibung der quantitativen Bestimmung des Stickstoffs, der Phosphorsäure und des Kalis vorausgehen, wie dieselben im allgemeinen bei der Untersuchung sämtlicher hier in Betracht kommender Handelswaren zur Anwendung gelangen[1]). Besondere, durch die Natur einzelner Stoffe bedingte Abänderungen und die genaueren Vorschriften der Mengenverhältnisse, die Bestimmung fernerer Bestandteile usw. finden ihren Platz bei der Abhandlung des betreffenden Gegenstandes.

Sorgfältigste Mischung, Zerkleinerung und Herstellung einer durchaus gleichartigen Probe (durch Zerreiben, Zerstoßen, Sieben) ist bei allen diesen Untersuchungen ganz besonders zu beachten. Gröbere Anteile, Klümpchen oder Knollen weichen von den feineren in ihrer Zusammensetzung oft erheblich ab. Bei feuchteren Düngemitteln ist ein Sieben nicht durchführbar; es hat sich die Vorbereitung bei solchen auf eine sorgfältige Durchmischung in der Reibschale zu beschränken. Ist der Feuchtigkeitsgehalt sehr groß, wie z. B. häufig bei Knochenkohlenschlamm, so geht ein Trocknen vorher, dessen Ergebnisse der Analyse beizufügen sind.

Was die Abgabe der Untersuchungsresultate anbelangt, so werden bei künstlichen Düngemitteln die Zahlen der Analyse nicht auf wasserfreie Substanz berechnet, sondern man gibt sie stets in Prozenten der frischen, ungetrockneten Substanz an.

---

[1]) Methoden zur Untersuchung der Kunstdüngemittel. Herausgegeben vom Verein Deutscher Dünger-Fabrikanten. Vierte Auflage. Berlin, Verlagsbuchhandlung Paul Parey.

Die Untersuchung und Begutachtung von Düngemitteln, Futtermitteln, Saatwaren und Bodenproben nach den offiziellen Methoden des Verbandes landwirtschaftlicher Versuchsstationen des Deutschen Reiches. Von Dr. Paul Krische. Berlin, Verlagsbuchhandlung Paul Parey.

Infolgedessen kommen Feuchtigkeitsbestimmungen nur bei außergewöhnlichen Gelegenheiten zur Ausführung.

Den Phosphorsäuregehalt drückt man in Prozenten Phosphorsäureanhydrid (P_2O_5) aus, der Gehalt an Stickstoff wird als solcher (N), der Kaliumgehalt endlich als Kaliumoxyd oder Kali (K_2O) angegeben.

I. Bestimmung des Stickstoffs.

Der Stickstoff findet sich in den künstlichen Düngemitteln teils in Form organischer Verbindungen, wie Eiweißstoffe, Harnsäure, Guanin, leimgebende Substanz u. dgl., teils in Form von Salpetersäure- und Ammoniaksalzen. Mit Ausnahme des Stickstoffs der erstgenannten, sowie der leimbildenden und ähnlicher Substanzen, wie Blut-, Horn- und Fleischmehl, welche erst durch einen Fäulnisprozeß in ammoniakhaltige Zersetzungsprodukte übergeführt werden müssen, kann derselbe in jeder der genannten Formen der Pflanze nutzbar gemacht und, zum Teil durch Vermittelung und Mitwirkung von Bakterien, von ihr aufgenommen und assimiliert werden.

Die Anwesenheit des Stickstoffs gibt sich, wenn er in Form von Ammoniak vorhanden, zu erkennen, wenn beim Erwärmen des betreffenden Stoffs mit etwas Kalilauge ein Ammoniakgeruch auftritt; Eiweißkörper, leimgebende und andere stickstoffhaltige organische Stoffe werden bei trockenem Erhitzen durch einen Geruch nach versengtem Haar angezeigt. Auf Salpetersäure prüft man den klaren, wässerigen Auszug, indem man eine Lösung von Eisenchlorür hinzufügt und dies Gemisch durch sehr vorsichtigen und langsamen Zusatz mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet. Bei Gegenwart von Salpetersäuresalzen entsteht an der Berührungsstelle der beiden Flüssigkeiten eine dunkelbraune Färbung, indem Stickstoffoxydgas frei wird, welches sich in der Eisenchlorürlösung unter Auftreten jener Farbenerscheinung löst.

Die quantitative Bestimmung des Stickstoffs wird nach verschiedenen Methoden ausgeführt, deren Wahl in jedem einzelnen Falle durch die Form, in welcher der Stickstoff vorhanden, bedingt ist.

Substanzen, welche den Stickstoff in organischer Verbindung, sowohl in löslicher wie auch in unlöslicher Form (auch bei etwaiger Gegenwart von Ammoniak) enthalten, werden zunächst nach der „Schwefelsäuremethode von Kjeldahl" [1]) behandelt. Man „verbrennt" hierbei die stickstoffhaltige organische Substanz mit reiner, konzentrierter Schwefelsäure, der etwas Phosphorsäureanhydrid zugesetzt ist.

---

[1]) Kjeldahl (Fresenius, Zeitschr. f. analyt. Chemie **22**, 366); Willfarth (Chem. Zentr.-Bl. 1885, **17**, 113).

Bei dieser Behandlung tritt der Stickstoff aller hier in Betracht kommenden Stoffe als Ammoniak aus, welches im Augenblicke seines Entstehens durch die vorhandene Schwefelsäure gebunden und damit vor jeder Verflüchtigung geschützt wird. Demnächst wird nach reichlichem Zusatz von Natronlauge oder Magnesia zu der sauren Flüssigkeit das so gebildete (und das etwa bereits vorhanden gewesene) Ammoniak durch Erhitzen ausgetrieben, abdestilliert, in einer Säure von bestimmtem Gehalt aufgefangen und durch Titration der noch freien Säure quantitativ bestimmt.

Nach dieser Methode wird auch der Stickstoffgehalt des in neuerer Zeit in den Handel gebrachten sog. Kalkstickstoffs bestimmt.

Bei Mischdüngern und im Peruguano, bei welchen neben dem organischen Stickstoff auch noch auf etwaigen Gehalt an Salpeterstickstoff Rücksicht genommen werden muß, tritt ein von Jodlbauer abgeändertes Verfahren der Kjeldahlmethode[1]) ein. Fügt man nämlich anstatt der reinen Schwefelsäure zu der salpeterhaltigen Substanz Phenolschwefelsäure, eine Mischung von Schwefelsäure und Phenol (Karbolsäure), so wirkt die frei werdende Salpetersäure nitrierend auf das Phenol, welches infolgedessen den gesamten Stickstoff der ersteren zu einer Nitroverbindung (Nitrophenol) mit sich vereinigt. Durch Zusatz von stickstofffreiem Zinkpulver wird alsdann die entstandene Nitroverbindung zu einer Amidoverbindung (Amidophenol) reduziert und schließlich schwefelsaures Ammoniak gebildet[2]), welches, wie oben, abdestilliert und durch Titrieren bestimmt wird.

Man erhält auf diese Weise den Gesamtstickstoffgehalt der betr. Substanz. Selbstverständlich wird dabei auch ein etwaiger Gehalt an Ammoniakstickstoff mit bestimmt.

Den Stickstoff in Form von Ammonsalzen, rein oder in Gemischen, bestimmt man durch Destillation der wässerigen Auflösungen mit Natronlauge oder Magnesia, Auffangen des ausgetriebenen Ammoniaks in Säure von bestimmtem Gehalt und nachfolgender Titration.

In Form von Salpetersäure kommt der Stickstoff hauptsächlich als Natron- oder Chilesalpeter und in neuerer Zeit als Kalk- oder Norgesalpeter in den Handel. Zur Bestimmung des Stickstoffs in solcher Verbindung benutzt man sehr zweckmäßig die durch Grandeau und Wagener verbesserte Methode von Schlösing. Sie beruht auf der Zersetzung, welche die Salpetersäure erleidet, wenn sie mit einer heißen, Salzsäure im Überschuß enthaltenden, Auflösung von Eisenchlorür in Berührung kommt. Es entsteht unter Abspaltung von Sauerstoff Stickstoffoxyd (NO), welches zunächst unter Schwärzung der Flüssigkeit vorübergehend sich in derselben auflöst, beim fortgesetzten Kochen derselben aber vollständig in Gasform wieder ausgetrieben wird, unter

---

[1]) Fresenius, Zeitschr. f. analyt. Chemie 25, 75 und 26, 92.

[2]) Landwirtschaftliche Versuchsstationen, S. 35, 446.

Wasser aufgefangen und seiner Menge nach durch Messung bestimmt werden kann. Der abspaltende Sauerstoff tritt an das Eisensalz und bewirkt die Entstehung von Eisenchlorid [1]).

Eine andere, ebenfalls zuverlässige und vielfach gebrauchte Methode ist die von Ulsch. Sie benutzt zur Bestimmung der Salpetersäure die Eigenschaft derselben, durch frei werdenden Wasserstoff vollständig reduziert und in Ammoniak umgewandelt zu werden. Zur Erzeugung von Wasserstoff dient äußerst fein zerteiltes metallisches Eisen, welches, mit verdünnter Schwefelsäure zusammengebracht, sofort eine lebhafte Wasserstoffentwickelung hervorruft.

Man bringt dementsprechend die Salpetersäure mit verdünnter Schwefelsäure und dem Eisenpulver zusammen, läßt die obengedachte Umsetzung sich vollziehen und destilliert demnächst nach Zusatz von Alkalilauge oder Magnesia das neugebildete Ammoniak ab, welches, wie oben bei den Ammonsalzen angegeben, bestimmt wird und dessen Menge genau der vorhanden gewesenen Menge Salpetersäure entspricht [2]).

A. Bestimmung des Stickstoffs in Form organischer Stoffe.

(Verfahren nach Kjeldahl.)

Bei Anwendung dieser in ihren Grundzügen oben erläuterten Methode verfährt man folgendermaßen: Man wägt von den an Stickstoff und organischen Substanzen reichen Düngemitteln, wie Blutmehl, Horn- und Fleischmehl, 1,0 g, von den übrigen, an organischen Stoffen ärmeren 1,5 bis 2,0 g ab und bringt diese Menge mittels Federfahne und Neusilbertrichters (Fig. 53, S. 126) in einen etwa 200 bis 350 ccm fassenden, mit langem und weitem Halse versehenen Kolben aus sehr gut gekühltem, widerstandsfähigem Glase.

Man fügt zu der Substanz 20 ccm einer, mit 20 Proz. Phosphorsäureanhydrid vermischten, reinen (stickstofffreien) konzentrierten Schwefelsäure [3]), setzt einen kleinen Tropfen (etwa

---

[1]) $NaNO_3 + 4 HCl + 3 FeCl_2 = NaCl + 3 FeCl_3 + 2 H_2O + NO$.

[2]) $HNO_3 + 8 H = 3 H_2O + NH_3$.

[3]) 1000 ccm Schwefelsäure mit 200 g Phosphorsäureanhydrid vermischt.

1 g) metallischen Quecksilbers[1]) zu, mischt durch vorsichtiges Umschwenken, so daß kein Teilchen der Substanz der vollständigen Durchfeuchtung mit Säure entzogen bleibt, und erhitzt zunächst über kleiner Flamme, nachdem man durch eine lose aufliegende, gestielte Glaskugel den Kolben geschlossen hat.

Unter lebhafter Gasentwickelung, Spritzen und unter Umständen starkem Aufschäumen tritt Verkohlung ein; etwa drohendes Übersteigen verhindert man durch Zugabe einer kleinen Menge Paraffin.

Man benutzt zweckmäßig zur Erhitzung den vorstehenden, einfachen Apparat. Die Kolben ruhen auf einer mit passenden Ausschnitten versehenen Asbestplatte und werden, um Verluste durch Herausspritzen zu vermeiden, von Anfang an, wie Fig. 132 zeigt, durch Drahtansätze in schräger Lage gehalten; die im oberen Teile und dem Halse des Kolbens sich verdichtenden Säuredämpfe führen beim Zurückfließen die verspritzten, kohligen Teile immer wieder der heißen Flüssigkeit zu. Die starke Entwickelung saurer Dämpfe macht einen guten Abzug nötig.

Man steigert die Hitze allmählich bis zum lebhaften, wallenden Sieden der Flüssigkeit und erhält sie bei dieser Temperatur, bis der anfänglich dicke, schwarze und kohlige Kolbeninhalt unter allmählichem Hellerwerden schließlich dünnflüssig und vollständig farblos geworden ist.

Sobald dies eingetreten, löscht man die Flammen und läßt erkalten, wobei in der stark eingeengten Flüssigkeit häufig weiße Salzkrusten (Quecksilber- und Kalksulfate) sich ausscheiden.

Die Reaktion vollzieht sich je nach der Natur der in Untersuchung genommenen Substanz in kürzerer oder längerer Zeit und kann bis zu drei Stunden beanspruchen. Eine Beobachtung oder Beaufsichtigung des Zersetzungsprozesses ist in keiner Weise erforderlich[2]).

Den erkalteten Kolbeninhalt verdünnt man vorsichtig und unter Umschwenken mit Wasser (wobei naturgemäß eine starke Erhitzung stattfindet), spritzt dabei die gestielte Glaskugel sorgfältig in den Kolben ab und bringt die ganze Flüssigkeit verlustlos und unter sorgfältigem Nachspülen in eine etwa 750 ccm fassende Kochflasche *A*, Fig. 133, welche, demnächst in der oben angegebenen Weise mit der etwa 70 cm langen, etwa 1,5 bis 2 cm weiten Glasröhre *B* verbunden, zum Ab-

[1]) Willfarth (Chem. Zentr.-Bl. 1885, S. 17) hat seinerzeit die Beobachtung gemacht, daß ein Zusatz von Metallsalzen die Zersetzungsdauer erheblich abkürzt. Er schlug anfänglich Kupfervitriol, später als geeigneter, weil farblose Lösungen gebend, Quecksilberoxyd oder Quecksilber vor.

[2]) Nach Gunning-Atterberg kann man die Zersetzung beschleunigen, wenn man, bei sonst gleicher Behandlung nach erfolgter, etwa in 15 Minuten vor sich gehender Auflösung der Substanz, noch 15 bis 18 g Kaliumsulfat zusetzt. Sobald bei weiterem Kochen Farblosigkeit eingetreten, wird die Flüssigkeit noch 15 Minuten weiter erhitzt und nach dem Erkalten verdünnt. Bei Substanzen, welche beim Aufschließen nicht schäumen, kann man das Kaliumsulfat gleich zu Anfang zusetzen.

destillieren des gebildeten Ammoniaks dient[1]). Der gesamte Wasserzusatz kann etwa 150 bis 200 ccm betragen[2]).

Als Vorlage benutzt man einen Becherkolben *C* von etwa 500 ccm Inhalt, welcher 20 ccm Normal-Schwefelsäure und etwa 50 ccm Wasser erhält und vermöge einer passenden Unterlage so hoch gestellt werden kann, daß die Spitze der Ablaufröhre in die Säure eintaucht.

Die den Kolben mittels des Gummistopfens schließende Kugelröhre *a* mit dem inneren Rohransatz schützt vor etwaigem Übergehen kleiner Anteile der stark alkalischen Flüssigkeit, die Kugelröhre *b* sichert das Zurücksteigen der Normalsäure bei Temperaturschwankungen im Destillationskolben.

Ist der Apparat derart vorbereitet, so bringt man zu dem Inhalt des Kolbens *A* einige kleine Stücke gekörntes Zink, welche ein etwaiges Stoßen der kochenden Flüssigkeit demnächst wirksam verhüten, gießt schnell 80 ccm konzentrierte Natronlauge, die man vorher mit 25 ccm Schwefelkaliumlösung vermischte, hinzu, verbindet den Kolben sofort mit *a* und *B* und erhitzt, anfänglich mäßig, sodann zum lebhaften Kochen.

Natronlauge und Schwefelkaliumlösung[3]) stellt man, bereits abgemessen und kurz vor dem Eingießen gemischt, so zur Hand, daß der

---

[1]) Wählt man für das Aufschließen mit Schwefelsäure größere, etwa 600 bis 700 ccm fassende Kjeldahl-Kolben, so läßt sich das leicht zu Verlusten führende Umspülen der nach der Zersetzung verbleibenden Flüssigkeit in den Destillationskolben vermeiden, indem in solchem Falle der Zersetzungskolben zugleich als Destillationskolben verwendet werden kann.

[2]) Beim Verdünnen in dem Zersetzungskolben scheiden sich bisweilen gelbe Quecksilbersalze aus. Dieselben brauchen in keiner Weise berücksichtigt zu werden.

[3]) Die Bereitung beider siehe im Anhange.

Zusatz möglichst schnell, um jeden Verlust von Ammoniak aus dem Kochkolben zu verhüten, erfolgen kann. Die Natronlauge bindet die Schwefelsäure vollständig, bleibt aber in starkem Überschuß und treibt, wie leicht zu verstehen, das Ammoniak beim Kochen aus, der Zusatz von Schwefelkalium dagegen hat den Zweck, etwa gebildete Quecksilberammoniakverbindungen zu zerlegen. Das Quecksilber wird als schwarzes Schwefelquecksilber ausgefällt, das Ammoniak in Freiheit gesetzt [1]).

In der alkalischen Flüssigkeit bewirkt das Zink eine schwache Wasserstoffgasentwickelung, welche ein ruhiges Kochen der Flüssigkeit herbeiführt, die bereits durch den Zusatz der Natronlauge sich stark erwärmte.

Man erwärmt vorsichtig und langsam zum Sieden; die aus dem Kolben entweichenden Dämpfe erhitzen auch die Flüssigkeit in der Vorlage sehr bald zum lebhaften Kochen. Eine Aufnahme von Kohlensäure, die bei Verwendung kohlensäurehaltiger Natronlauge sich bemerkbar machen könnte, ist dadurch ausgeschlossen, während jede Spur von Ammoniak von der Schwefelsäure gebunden wird. Man hat den Gang der Destillation derart zu leiten, daß ein Herausschleudern von Flüssigkeit aus dem Kolben durch zu heftiges Kochen unter allen Umständen verhindert wird.

Nach etwa einstündigem Destillieren kann man mit Sicherheit annehmen, daß alles vorhandene Ammoniak ausgetrieben worden ist; man löst die Verbindung bei *d*, spült die Kugelröhre *b* innen und außen in den Kolben *C* ab und bringt dessen Inhalt nach dem Erkalten in demselben Gefäße zur Titration. Man setzt einige Tropfen Lackmustinktur hinzu und titriert in bekannter Weise mit Ätzbarytlösung bis zur blauvioletten Farbe [2]).

Die verbrauchten Cubikcentimeter entsprechen der Menge der noch freien, nicht an Ammoniak gebundenen Normalschwefelsäure.

Beispiel. 1,0 g Blutmehl ist, wie vorstehend, mit Schwefelsäure zersetzt worden. Die Vorlage war mit 20,0 ccm Normalschwefelsäure [3]) beschickt.

---

[1]) Nach Neuberg kann man die Schwefelkaliumlösung durch festes gepulvertes, unterschwefligsaures Natrium (Natriumthiosulfat, $Na_2S_2O_3 + 5H_2O$) ersetzen. Auch dieses Salz bewirkt die Ausfällung von Schwefelquecksilber. (Beitr. z. chem. Physiol. und Pathol. 1902, **2**, 214.)

Die Wirkung des Schwefelkaliums kann man auch durch Zusatz einer kleinen Menge gereinigten stickstofffreien Zinkstaubes erreichen, welche man unmittelbar nach dem Eingießen der Natronlauge in die Flüssigkeit einträgt. In diesem Falle kann der Zusatz von gekörntem Zink unterbleiben.

[2]) Bereitung und Titerstellung der Ätzbarytlösung ist im Anhange angegeben. Zur Aufbewahrung derselben muß die S. 368 beschriebene Vorrichtung angewendet werden, da die Flüssigkeit ohne dieselbe sich durch Bildung von kohlensaurem Baryum infolge Anziehung von Kohlensäure aus der Luft trübt.

[3]) Eine Normalsäure enthält bekanntlich in einem Liter ein Äquivalentgewicht der betr. Verbindung in Grammen, also hier 40,03 g Schwefelsäure-

Diese 20,0 ccm Normalsäure entsprechen nach dem Ansatz:

$$1000 \text{ ccm} : 14{,}01 \text{ g Stickstoff} = 20 \text{ ccm} : x,$$
$$x = 0{,}2802 \text{ g Stickstoff}$$

und erforderten 105,2 ccm einer titrierten Ätzbarytlösung zu ihrer völligen Neutralisation.

Nach dem Ansatz:

$$105{,}2 \text{ ccm} : 0{,}2802 \text{ g} = 1{,}0 : x,$$
$$x = 0{,}002664 \text{ g},$$

entspricht 1,0 ccm jener Barytlösung = 0,002664 g Stickstoff.

Beim Zurücktitrieren sind 52,7 ccm Barytlösung gebraucht worden, welche also 52,7 × 0,002664 = 0,14039 g Stickstoff anzeigen würden.

Da	20,0 ccm Normalschwefelsäure	= 0,28020 g Stickstoff,
	50,1 „ Ätzbarytlösung	= 0,14039 „ „
entsprechen, so bleiben		= 0,13981 g Stickstoff

als Rest, welcher, durch die Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure in Ammoniak übergeführt, in der verwendeten Substanz enthalten gewesen ist:

$$1{,}0 \text{ g} : 0{,}13981 \text{ g Stickstoff} = 100 : x,$$
$$x = 13{,}981 \text{ oder abgerundet } 14{,}0 \text{ Proz. Stickstoff.}$$

B. Bestimmung des Gesamtstickstoffs (organischer Stickstoff, Ammon- und Salpeterstickstoff).

(Verfahren von Kjeldahl-Jodlbauer.)

Die hier anzuwendende Methode schließt sich, entsprechend dem, was S. 414 darüber gesagt, in ihrer Ausführung eng an das unter A beschriebene Verfahren, nur tritt an die Stelle der dort benutzten, mit Phosphorsäureanhydrid vermischten Schwefelsäure die Phenolschwefelsäure.

Die genau abgewogene Substanz (1,0 bis 1,5 g) wird mit Hilfe eines kleinen, weithalsigen Trichters und eines Spatels oder eines breiten Pinsels verlustlos in den zur Zersetzung dienenden Kjeldahl-Kolben gebracht, welchen man des demnächstigen Aufschäumens halber zweckmäßigerweise größer als bei A, von etwa 350 ccm Rauminhalt wählt, mit 25 ccm Phenolschwefelsäure[1]) übergossen und durch vorsichtiges Bewegen gemischt, bis die Substanz im Kolben vollständig durchfeuchtet und in der Flüssigkeit gleichmäßig verteilt ist. Man kühlt den heiß gewordenen Kolben und Inhalt sorgfältig ab und bringt dann, währenddem der Kolben zur weiteren, fortdauernden Kühlung in

anhydrid, entsprechend einem Äquivalent = 14,01 g Stickstoff. (Siehe auch die Bemerkung unter S. 362.)

[1]) Siehe Anhang.

eine flache, kaltes Wasser enthaltende Schale eingestellt und mit einer gestielten Glaskugel (Fig. 132, S. 415) lose geschlossen war, 2 bis 3 g reinen, trockenen Zinkstaub in ganz kleinen Anteilen hinzu, schwenkt nach jedem Zusatz um, läßt einen Tropfen Quecksilber hineinfallen und erhitzt nun den Kolbeninhalt vorsichtig und allmählich bis zum lebhaften Kochen. Den benötigten Zinkstaub hält man sich abgewogen auf einem Blättchen Papier zur Hand.

Man benutzt den Apparat Fig. 132, S. 415 und dämpft zu starkes Aufschäumen durch etwas Paraffin.

Der gesamte Stickstoffgehalt der verwendeten Substanz, ob in Form organischer Verbindungen oder als Salpetersäure oder Ammoniak vorhanden, geht durch die vorstehende Behandlung in schwefelsaures Ammoniak über; sobald Farblosigkeit der kochenden Flüssigkeit eingetreten, läßt man erkalten, löst den Kolbeninhalt, welcher gewöhnlich zu einem harten Kuchen erstarrt, vorsichtig in Wasser; wenn nötig, unter gelindem Erwärmen, und verfährt nunmehr genau weiter nach den unter A gegebenen Vorschriften.

Destillation, Titration und Berechnung erfolgen, wie unter A ersichtlich.

C. Bestimmung des Stickstoffs in Ammoniaksalzen.

Man benutzt zu dieser Bestimmung denselben Apparat, wie ihn die Fig. 133 zeigt, und führt die Destillation auch genau in der dort beschriebenen Weise durch.

Der dabei früher ausschließlich verwendeten Natronlauge wird jetzt zumeist Magnesia (gebrannte Magnesia) vorgezogen, da gegen die Anwendung der ersteren der Vorwurf erhoben worden ist, daß, wenn beim Abdestillieren die Flüssigkeit zu sehr einkocht und konzentriert wird, auch Anteile des in anderer Form etwa vorhandenen Stickstoffs in Ammoniak umgesetzt werden könnten.

Die Auflösung der Ammoniaksalze oder der wässerige Auszug der ammoniakhaltigen Düngergemische wird im Kolben *A* bis zu etwa 150 ccm Volum mit Wasser verdünnt, worauf man 4 bis 6 g Magnesia zufügt, die man vorher abgewogen auf einem Tarierblech zur Hand hält und mittels eines weithalsigen Trichters schnell trocken einschüttet[1]).

Zweckmäßigerweise bringt man vorher einige Stückchen ausgeglühten Bimssteins in den Destillationskolben, wodurch Stoßen vermieden wird und das Kochen der Flüssigkeit glatter vor sich geht.

Man bemißt die Menge der ammoniakhaltigen Flüssigkeit derart, daß etwa 1,0 g Ammoniaksalz darin enthalten ist, und schlägt 20,0 ccm Normal-Schwefelsäure vor.

Die Titration des Destillates und die Berechnung erfolgt wie oben.

---

[1]) 1,0 g schwefelsaures Ammon bedarf zu seiner Zersetzung rund 0,3 g Magnesia und 0,6 g Ätznatron.

D. Bestimmung des Stickstoffs in Salpetersäuresalzen.

a) Bestimmung durch Messung des abgeschiedenen Stickstoffoxydgases.

(Verfahren nach Schlösing-Grandeau.)

Diese oben bezüglich ihrer wissenschaftlichen Grundlagen erläuterte Methode zur Bestimmung des Stickstoffs in Salpeter und salpetersäurehaltigen Düngergemischen führt man mit dem Apparat, Fig. 134, in folgender Weise aus:

Fig. 134.

In das auf einer passend ausgeschnittenen Asbestplatte befindliche Entwickelungskölbchen *A* von etwa 300 ccm Inhalt bringt man 50 ccm Eisenchlorürlösung, sowie um das Stoßen der kochenden Flüssigkeit zu vermeiden, einige kleine Stückchen ausgeglühten Bimssteins, setzt den Verschlußstopfen, welcher die Trichterröhre *a* und die zweimal gebogene Röhre *c* trägt, fest ein und vereinigt *c* und *c'* durch den Gummischlauch *b*. Die Röhre *c'* tritt durch den Ansatz *e* und den darin befindlichen dreifach durchbohrten Stopfen in die Glaswanne und trägt vermittelst eines kurzen, aber sehr starkwandigen und dadurch federnden Gummischlauches *d* ein am Ende aufwärts gebogenes Röhrchen, durch welches das demnächst im Kolben *A* entwickelte Gas austritt.

Die beiden anderen Bohrungen des Stopfens im Ansatz *e* vermitteln einerseits den Zutritt frischen Wassers in die Wanne, welches durch das längere, am Boden der Wanne ausmündende Rohr zufließt, andererseits die Entfernung des durch die abkochende Salzsäure stark

sauer und heiß gewordenen Wassers, welches durch das kurze, aufwärts gerichtete Rohr abzieht.

Die Länge des letzteren bestimmt zugleich die Höhe des Wasserstandes in der Wanne, welches etwa 2 cm über der Mündung des Gasleitungsrohres *cc'* stehen muß.

Während der Apparat in Tätigkeit ist, läßt man die Wanne unausgesetzt mit frischem Wasser durchströmen.

Zum demnächstigen Auffangen des Stickstoffoxydgases dienen gewöhnliche, unten offene Meßröhren, welche laufende Nummern und eine Teilung tragen, welche von 0 bis 100 ccm geht und noch halbe Cubikcentimeter ablesen läßt. Unterhalb des 100-Punktes sind die Röhren noch um etwa 20 ccm Rauminhalt, aber ohne Einteilung verlängert. Man füllt die benötigten Röhren mit kaltem, vorher ausgekochtem (luftfreiem) Wasser und stellt sie, mit dem offenen Ende nach oben, in den wassergefüllten Zylinder *B*.

Ist der Apparat derart zusammengefügt und vorbereitet, so bringt man mittels einer Pipette 25 ccm Salzsäure in den Trichter *a*, öffnet den daran befindlichen, gut eingefetteten Glashahn, läßt die Säure in den Kolben treten und schließt den Hahn, wenn noch ein ganz geringer Anteil Säure im Trichter befindlich, so daß die Durchbohrung des Hahnstopfens sowohl, wie die Trichterröhre selbst, deren sehr fein ausgezogene Spitze in die Flüssigkeit des Kolbens *A* eintauchen soll, vollständig mit Salzsäure gefüllt bleiben. In gleicher Weise fügt man noch 25 ccm Salzsäure hinzu und bringt dann den Kolbeninhalt langsam zum Kochen.

Die Dämpfe der siedenden Flüssigkeit treiben zunächst die im Kolben und in den Röhren *cc'* befindliche atmosphärische Luft aus; sobald aus dem in der Glaswanne ausmündenden Rohre *cc'* keine Luftblasen mehr entweichen, die austretenden Salzsäuredämpfe vielmehr mit einem gewissen Geräusch durch das Wasser vollständig verdichtet und gelöst werden, schließt man eine der oben erwähnten, gefüllten Meßröhren mit dem Daumen der rechten Hand, führt sie in die Wanne, öffnet unter dem Wasserspiegel und stellt die Röhre, welche keine Luftblase enthalten darf, mittels der an der Wanne befindlichen Klemme, wie in der Figur angegeben, über die Austrittsöffnung der Röhre *cc'* fest. (Die Gummiverbindung *d* sichert, da sie ein geringes Abwärtsdrücken der Röhre *cc'* gestattet, vor dem Zerbrechen derselben auch bei nicht ganz vorsichtiger Arbeit.)

Mittels einer Pipette bringt man nun die zu untersuchende salpetersäurehaltige Flüssigkeit in den Trichter *a*, vergrößert den unter dem Kolben stehenden Brenner, so daß der Kolbeninhalt unausgesetzt in starkem Kochen bleiben muß, läßt die Salpeterlösung durch sehr vorsichtiges Öffnen des Glashahns ganz langsam in den Kolben eintreten und vermeidet, in gleicher Weise, wie oben bei dem Zusatz der Salzsäure angegeben, daß auch nur die geringste Menge Luft in

das Hahnrohr gelangt. Man spült die der Trichterröhre anhängenden Flüssigkeitsreste zwei- oder dreimal mit je 10 ccm Salzsäure nach und läßt mit steter Vorsicht auch diese zu dem Kolbeninhalt einfließen.

Die Aufstellung des Apparates muß eine derartige sein, daß die Flamme und der Kolben vor Zugluft und plötzlicher Abkühlung gesichert sind; der Kolbeninhalt darf nie aus dem Kochen kommen, der Zusatz der erwähnten Flüssigkeiten nur sehr langsam vor sich gehen; — anderenfalls steigt das Wasser aus der Wanne sehr leicht in den Kolben zurück und vereitelt die ganze Arbeit! —

Unmittelbar nach dem Einfließen der salpetersäurehaltigen Lösung findet die obengedachte Zersetzung statt (S. 414); die Salpetersäure wird zu Stickstoffoxyd reduziert, welches sich zunächst, unter Schwärzung der Flüssigkeit, in derselben löst, durch das Kochen aber ausgetrieben wird und in farblosen, lebhaft sich folgenden Gasblasen in der Meßröhre aufsteigt. Nach 10 bis 12 Minuten ist, während der Kolbeninhalt sich wieder heller färbt, die Austreibung des entstandenen Gases beendet; sobald keine Gasblase mehr aufsteigt und die nachströmenden Salzsäuredämpfe wieder vollständig verdichtet werden, löst man die Klemme, verschließt die Meßröhre unter Wasser mit dem Daumen und überträgt sie in den bis obenhin gefüllten Zylinder *B*. Nachdem man hier die Öffnung der Meßröhre unter Wasser frei gegeben, läßt man sie bis auf weiteres einsinken und ihren Inhalt die Temperatur des umgebenden Wassers annehmen. (Ein Überfließen von *B* kann durch Ablassen von Wasser durch den seitlichen, mit Quetschhahn versehenen Ansatz vermieden werden.)

Sofort nach der Entfernung der Meßröhre setzt man eine zweite Meßröhre an ihre Stelle und wiederholt, ohne daß der Kolbeninhalt auch nur einen Augenblick aus dem Kochen kommt, die Bestimmung genau in gleicher Weise.

Die zuerst abgemessene Menge Eisenchlorürlösung reicht für 10 bis 12 Einzelanalysen aus. Nach Beendigung der gesamten Untersuchung öffnet man den Glashahn der Trichterröhre und entfernt die Flamme.

Die Menge des entwickelten, in den verschiedenen Meßröhren gesammelten Stickstoffoxydgases kann nun an der Teilung der Röhren abgelesen werden, und zwar vergleicht man die dabei sich ergebenden Zahlen mit derjenigen Menge Stickstoffoxydgas, welche auf genau dieselbe Weise und unter genau denselben Umständen aus einer bestimmten Gewichtsgröße chemisch reinen und wasserfreien Salpeters gleicher Art gewonnen wird. Man vermeidet durch dieses einfache Verfahren die bei der Messung von Gasen sonst erforderliche, umständliche Berücksichtigung der Temperatur und des Luftdrucks, sowie diejenigen Fehlerquellen, welche durch die Löslichkeit des Stickstoffoxydgases im Wasser und seine Oxydierbarkeit durch das im Wasser

gelöste Sauerstoffgas sich einstellen müßten, da alle diese Verhältnisse auch bei der Kontrollbestimmung mit reinem Salpeter in ganz gleicher Weise sich geltend machen.

Man benutzt zu diesem Zwecke eine sog. „Normal-Salpeterlösung" von derart bemessenem Gehalt, daß 5,0 ccm derselben, je nach Temperatur und Luftdruck, etwa 90 bis 98 ccm Stickstoffoxydgas liefern, und wählt die Konzentration der zu untersuchenden Flüssigkeiten dementsprechend so, daß auch 5,0 ccm, höchstens 10,0 ccm derselben annähernd die oben angegebene Gasmenge entwickeln müssen.

Bei jeder Analyse zersetzt man zunächst 5,0 ccm Normallösung (Röhre 1), läßt dann mindestens zweimal die Zersetzung der zu untersuchenden Substanz folgen (Röhre 2 und 3) und macht schließlich noch eine Kontrollbestimmung mit 5,0 ccm Normallösung (Röhre 4). Bei mehreren gleichzeitig auszuführenden Analysen sind selbstverständlich die Anfangs- und Schlußbestimmungen mit der Normallösung allseitig maßgebend.

Sobald man annehmen darf, daß der Inhalt aller Röhren im Zylinder *B* gleiche Temperatur angenommen hat, etwa nach einstündigem Stehen, liest man die erhaltenen Gasmengen ab, indem man, um Druckunterschiede auszugleichen, die betreffende Röhre so weit aus dem Wasser hebt, daß innen und außen das Wasser gleich hoch steht. Ein Anfassen der Röhren mit der vollen Hand ist wegen der dabei eintretenden Erwärmung des eingeschlossenen Gases zu vermeiden; man nimmt zweckmäßig einen Halter aus Holz, aus einem Lederstreifen oder zusammengelegtem Papier.

Beispiel. Die bei der Untersuchung von Natron- oder Chilesalpeter und der damit hergestellten Düngergemische zu benutzende „Normal-Salpeterlösung" enthält, wie im Anhange angegeben, 66,0 g reines, trockenes, salpetersaures Natrium in 1000 ccm (oder 33,0 g in 500 ccm). Je 5,0 ccm dieser Lösung entwickeln, je nach Druck und Temperatur etwa 96 bis 98 ccm Stickstoffoxydgas.

Man hat deshalb in Anlehnung hieran, zur tunlichsten Einhaltung gleichartiger Verhältnisse, von dem meist ziemlich reinen Chilesalpeter des Handels ebenfalls 66,0 g abzuwägen und zu 1000 ccm zu lösen (oder 33,0 g zu 500 ccm). Zur Zersetzung im Apparate sind auch dann jedesmal 5,0 ccm Lösung zu verwenden.

Die Ablesung ergab:

Röhre 1 (Normallösung)	96,5 ccm	Stickstoffoxydgas,
Röhre 2 (Chilesalpeter)	93,6 „	„
Röhre 3 (desgl.)	93,4 „	„
Röhre 4 (Normallösung)	96,5 „	„

Das untersuchte Muster Chilesalpeter gab im Mittel beider Bestimmungen also 93,5 ccm Gas, die Normallösung, welche chemisch

reines, also 100-prozentiges Nitrat enthielt, beide Male übereinstimmend 96,5 ccm Gas. Man hat deshalb nur anzusetzen:

$$96{,}5 : 100 = 93{,}5 : x$$

und findet den Gehalt an reinem Natronsalpeter in dem untersuchten Muster, mithin:

$$x = \mathbf{96{,}89\ Proz.}$$

Salpetersaures Natrium schließt 16,48 Proz. Stickstoff ein, will man daher, wie üblich, die Berechnung auf Stickstoff-, nicht auf Salpetergehalt ausführen, so würde man anzusetzen haben:

$$96{,}5 : 16{,}48 = 93{,}5 : x,$$

und demnach

$$x = \mathbf{15{,}96\ Proz.}\ \text{Stickstoff finden.}$$

(Von einem Düngergemisch, welches beispielsweise 50 Proz. Chilesalpeter enthält, würden bei Herstellung der Lösung ebenfalls 66,0 g zu 1000 ccm Flüssigkeit, zur Zersetzung im Apparat aber jedesmal 10,0 ccm desselben zu nehmen sein, um auch hier annähernd 100 ccm Gas zu erhalten.)

b) Bestimmung durch Reduktion der Salpetersäure und Destillation des entstandenen Ammoniaks.

(Verfahren nach Ulsch.)

Den zu dieser Bestimmung, deren wissenschaftliche Grundlage auf S. 415 auseinandergesetzt worden ist, dienenden Apparat zeigt Fig. 135 (a. f. S.).

Der Kolben C erhält die abgemessene Menge Normalsäure, der Kolben A die Salpeterlösung, 10 ccm verdünnte Schwefelsäure [1]) und zuletzt 5 g metallisches Eisen in der oben bezeichneten reinen, feinst-zerteilten Form (als „Ferrum hydrogenio reductum" käuflich). Sofort nach Zusatz des letztern beginnt die Reduktion der Salpetersäure; um Verspritzen zu verhüten, verschließt man deshalb den Kolben ohne Verzug mit einer lose aufsitzenden gestielten Glaskugel und kühlt ihn und seinen Inhalt durch Einstellen in kaltes Wasser, bis, nach etwa 15 Minuten, die erste heftige Gasentwickelung nachläßt. Durch vorsichtiges Erwärmen mit sehr kleiner Flamme unterhält man dann lebhafte, aber nicht stürmische Gasentwickelung und steigert die Hitze sehr allmählich, bis nach etwa fünf Minuten bei noch andauernder Gasentwickelung die Flüssigkeit zu sieden beginnt. Nachdem man sie etwa eine halbe Minute in schwachem Sieden erhalten hat, ist die Reduktion beendet, das Salpetersäuresalz vollständig in schwefelsaures Ammoniak umgesetzt.

---

[1]) 2 Raumteile Wasser mit 1 Raumteil konzentrierter Schwefelsäure gemischt.

Man spült dann die Glaskugel in dem Kolben ab, fügt 150 ccm Wasser hinzu, destilliert nach Zusatz von 20 ccm der S. 417 erwähnten Natronlauge oder 5 bis 6 g Magnesia das Ammoniak ab und bestimmt dasselbe bzw. den darin enthaltenen Stickstoff nach den S. 418 u. f. gegebenen Vorschriften.

Fig. 135.

II. Bestimmung der Phosphorsäure.

Die in der Natur weit verbreitete Phosphorsäure stammt ursprünglich aus dem Zerfall des Apatits her, des ältesten phosphorsäurehaltigen Gesteins, eines festen, zum größten Teil aus phosphorsaurem Calcium bestehenden Minerals.

In derselben chemischen Form, mit Calcium zu dreibasisch-phosphorsaurem Calcium vereinigt, findet sie sich in späteren Erdschichten, in den Rohphosphaten, den Guanos und ähnlichen Stoffen. Sie ist in der Asche der Landpflanzen enthalten und bildet den Hauptbestandteil der tierischen Knochen.

Diese Calciumverbindung ist in Wasser unlöslich und kann demnach, dem Boden einverleibt, der Pflanze nur in dem Maße nutzbar werden, als sie durch atmosphärische und andere Einflüsse eine Umsetzung erleidet, welche, allerdings sehr langsam eintretend, eine lösliche und somit assimilierbare Verbindung liefert.

Man nennt die Phosphorsäure in jenem Zustande die „unlösliche“, und bezeichnet im Gegensatz dazu als „wasserlösliche“ diejenige Phosphorsäure, welche als einbasisch- oder saures phosphorsaures Calcium bei jener Umsetzung entsteht und auch durch

Behandlung der dreibasischen, unlöslichen Verbindung mit starken Säuren, zumeist mit Schwefelsäure, erhalten wird.

Solche Behandlung heißt „Aufschließen“ und die derartig „aufgeschlossenen Phosphate“ oder „Superphosphate“, also die aus der in Wasser unlöslichen in die lösliche Form übergeführten Phosphorsäureverbindungen sind für die Landwirtschaft von größter Bedeutung. Sie werden fabrikmäßig dargestellt und nach Maßgabe ihres Prozentgehaltes an löslichem, saurem phosphorsauren Calcium, oder der daraus berechneten Menge Phosphorsäureanhydrid geschätzt, während für Rohmaterialien natürlich der Gehalt an in Wasser unlöslicher Phosphorsäure wertbestimmend ist.

Ein vielfach angewandter Phosphorsäuredünger ist das durch Mahlen der sog. Thomasschlacke hergestellte Thomasmehl, ein bei der Stahlfabrikation durch Entphosphorung des Roheisens in großer Menge entfallendes Nebenprodukt der Eisenhüttenwerke[1]). Man nimmt an, daß die Phosphorsäure in der Thomasschlacke in einem mit Kalk gleichsam übersättigten Zustande als ein leicht zersetzliches vierbasisches Calciumphosphat oder vielleicht als eine leicht zersetzbare Doppelverbindung von Kalkphosphat und Kalksilikat vorhanden sei. Sie enthält neben dieser Kalkverbindung wechselnde Mengen von Ätzkalk, von Silikaten, Eisen-, Mangan- und Schwefelverbindungen.

Die Phosphorsäure im Thomasmehl ist im Wasser unlöslich, der an Kalk gebundene Anteil kommt aber im Boden durch die Einwirkung der Feuchtigkeit, der Kohlensäure und anderer Faktoren leicht zur Ausnutzung durch die Pflanze, und zwar naturgemäß um so mehr und um so schneller, je feiner zerteilt die Schlacke zur Anwendung gelangt. Sie wird deshalb in feinstgemahlenem Zustande in den Handel gebracht. Ein kleinerer, in anderer Form vorhandener Anteil der Phosphorsäure bleibt unzersetzt und für den Landwirt nicht ausnutzbar im Boden zurück.

Das Kalkphosphat (oder Kalksilikatphosphat) ist in Zitronensäure löslich, und da nach vielfachen Versuchen die Wirksamkeit des Thomasmehls auf die Pflanze genau im Verhältnis steht zu seinem Gehalt an dieser zitronensäurelöslichen Phosphorsäure, so ist der Betrag des letzteren auch der Maßstab für die Wertbemessung dieses Düngemittels. Seine Analyse erfolgt nach besonders vereinbarter Methode (s. weiter unten).

Dem Vorstehenden entsprechend sind für die Bewertung der Phosphate quantitative Bestimmungen der löslichen, der zitronensäurelöslichen und der unlöslichen Phosphorsäure auszuführen.

Die Bestimmung der letzteren erfordert immer ihre vorhergehende Überführung in die lösliche Form.

---

[1]) Die Thomasschlacke führt ihren Namen von Thomas, dem Erfinder dieses Entphosphorungsverfahrens.

Bei Stoffen, welche neben löslicher Phosphorsäure auch noch unlösliche enthalten, bestimmt man in einem besonderen Teile die in löslichem Zustande vorhandene für sich, schließt in einem anderen Teile durch Erhitzen mit einer Säure das unlöslich gebliebene Phosphat völlig auf und ermittelt die nunmehrige Gesamtmenge der Phosphorsäure. Aus dem Unterschiede zwischen beiden Angaben ergibt sich dann die Menge der in unlöslicher Form vorhanden gewesenen Phosphorsäure.

Aus den zur Untersuchung gelangenden Stoffen stellt man entweder durch einfaches Ausziehen mit kaltem Wasser oder nach vorhergegangenem Aufschließen mit Salpetersäure, Schwefelsäure oder mit Zitronensäure (bei Thomasmehl) eine die Phosphorsäure enthaltende Lösung von geeigneter Konzentration her. Die auf die eine oder andere Weise erhaltene Flüssigkeit wird filtriert und ein Teil des klaren Filtrats zur Ermittelung der Phosphorsäure benutzt. Unter Umständen muß eine Abscheidung etwa vorhandener Kieselsäure vorausgehen.

Man bestimmt die Phosphorsäure gewichtsanalytisch als phosphorsaures Ammoniummagnesium, durch Ausfällung mittels einer mit Ammoniak und Chlorammonium vermischten Lösung von Chlormagnesium, und zwar entweder durch direkte Fällung mit dieser „Magnesiamischung“ [1]), indem man durch einen vorhergehenden Zusatz von Ammonzitratlösung zu der phosphorsäurehaltigen Flüssigkeit ein gleichzeitiges Ausfallen etwa vorhandener Anteile von Kalk, Eisenoxyd, Tonerde und anderen Basen verhindert, oder indem man der Überführung der Phosphorsäure in jene Form eine Fällung als phosphormolybdänsaures Ammonium vorausgehen läßt. Man unterscheidet danach eine „Zitratmethode“ und eine „Molybdänmethode“. Der bei beiden Methoden schließlich erhaltene Niederschlag von phosphorsaurem Ammoniummagnesium wird auf einem Filter gesammelt und, da er in reinem Wasser etwas löslich ist, mit einer verdünnten Ammoniakflüssigkeit [2]) so lange ausgewaschen, bis eine mit Salpetersäure angesäuerte Probe des Filtrats sich auf Zusatz von Silberlösung kaum noch trübt, sodann im Trockenschrank getrocknet, samt dem vorsichtig zusammengelegten Filter in einen gewogenen Tiegel gebracht, und zuerst sehr gelinde, dann bei schief gelegtem Tiegel stark geglüht, bis der Tiegelinhalt völlig weiß geworden. Schließlich glüht man fünf Minuten im Gebläse, läßt im Exsikkator erkalten und wägt.

Beim Glühen entweicht Ammoniak und Wasser [3]), und es bleibt pyrophosphorsaures Magnesium zurück, dessen Betrag, mit dem Faktor 0,6378 multipliziert, die Menge Phosphorsäureanhydrid (P_2O_5)

---

[1]) Bereitung siehe Anhang.

[2]) Ein Raumteil Ammoniak zu drei gleichen Teilen Wasser.

[3]) $2(MgNH_4PO_4) = 2NH_3 + H_2O + Mg_2P_2O_7$.

ergibt, welche in dem zur Fällung abgemessenen Anteile der wie oben hergestellten Lösung enthalten war.

A. Zitratmethode.

Zu 50 ccm der phosphorsäurehaltigen Lösung — 0,5 bis 0,1 g Phosphorsäureanhydrid enthaltend —, welche aufs genaueste mittels einer Pipette in ein Becherglas oder einen Erlenmeyer-Kolben abgemessen worden sind, fügt man 50 ccm der nach Angabe des Anhangs bereiteten

Fig. 136.

ammoniakalischen Lösung von zitronensaurem Ammon und 25 ccm der vorerwähnten Magnesiamischung unter gleichzeitigem, unausgesetztem Umrühren. Alle Phosphorsäure fällt alsdann in Form eines weißen, kristallinischen Niederschlages von phosphorsaurem Ammonmagnesium aus. Die Magnesiamischung ist mittels einer Pipette langsam während des Rührens einzutröpfeln, um zu vermeiden, daß sich der entstehende Niederschlag an den Glaswandungen festsetzt.

Wenn Wasserleitung mit hinreichendem Druck zur Verfügung steht, so benutzt man sehr zweckmäßig zu diesem Umrühren ein mechanisches Rührwerk, wie es z. B. Fig. 136 darstellt, eine kleine, eiserne, mit der Wasserleitung durch Gummischlauch verbundene Turbine *A* und den durch Schnurantrieb um die Achse *b* sich drehenden gläsernen Rührstäben *aa'*. Es genügt dann ein halbstündiger ununterbrochener

und schneller Gang des Rührwerks — etwa 250 Umdrehungen in der Minute —, um vollständige Abscheidung des Niederschlags herbeizuführen, der dann sofort abfiltriert werden kann. Wo eine solche mechanische Vorrichtung fehlt, rührt man einige Minuten mittels eines Glasstabes und läßt das bedeckte Gefäß 12 Stunden stehen, bevor man die Filtration vornimmt. Diese selbst und die weitere Behandlung des Niederschlags erfolgt wie oben angegeben.

B. Molybdänmethode.

Die zur Analyse abgemessene, phosphorsäurehaltige Flüssigkeit, 25 bis 100 ccm (etwa 0,1 bis höchstens 0,2 g Phosphorsäure enthaltend), versetzt man, wenn sie nicht schon salpetersauer ist, zunächst mit wenig Ammoniak, dann mit Salpetersäure bis zur stark sauren Reaktion und fügt 100 bis 120 ccm einer nach Vorschrift bereiteten salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammon (Molybdänlösung) hinzu, wodurch alle Phosphorsäure in Form eines schweren, gelben Niederschlags von phosphormolybdänsaurem Ammon gefällt wird. Man erwärmt das Gemisch im Wasserbade bei etwa 70° C eine Stunde lang, läßt völlig absitzen und prüft dann die klar über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit, ob die Fällung vollständig erreicht ist.

Zu dem Ende nimmt man mittels einer Pipette einen geringen Anteil, 1 bis 2 ccm, heraus, versetzt denselben im Reagenzröhrchen mit dem gleichen Volumen Molybdänlösung und erwärmt gelinde.

Entsteht eine gelbe Fällung, so war der ursprüngliche Zusatz von Molybdänlösung nicht genügend gewesen, man gießt die Probe verlustlos zurück, spült Reagenzrohr und Pipette sorgfältig nach, fügt noch 25 bis 30 ccm Molybdänlösung hinzu, erwärmt abermals eine halbe Stunde lang, läßt absitzen und prüft aufs neue.

Bleibt die Probe beim Erwärmen klar, so filtriert man die gesamte Flüssigkeit nach dem Erkalten durch ein kleines, glattes Filter und wäscht dieses samt dem Niederschlage mit einer einprozentigen Salpetersäure so lange aus, bis 1 ccm des Waschwassers nach Zusatz von wenig Schwefelsäure und Alkohol keine Trübung mehr zeigt, die Reaktion auf Kalk mithin verschwunden ist. Ein fünfmaliges Auswaschen mit je 20 ccm wird immer genügen. Man hat dabei nicht nötig, das Glas, in dem die Fällung vorgenommen wurde, von dem Niederschlage zu reinigen, sondern man läßt die letzten Anteile desselben darin, setzt demnächst das ausgewaschene Filter mit dem Niederschlage darüber und löst denselben durch Aufgießen von wenig Ammoniak und heißem Wasser vollständig auf. Nach sorgfältigem Auswaschen des Filters mit heißem Wasser (sieben- bis achtmal) fügt man Salzsäure zu dem noch warmen Filtrat, bis der neu entstehende, gelbe Niederschlag sich nur langsam wieder auflöst, kühlt sodann die Füssigkeit durch Einstellen des Glases in kaltes Wasser auf Zimmertemperatur ab und fällt durch Hinzufügung

von Magnesiamischung die Phosphorsäure als phosphorsaures Ammoniummagnesium aus. Von dieser nach obengedachter Vorschrift bereiteten Magnesiamischung verwendet man auf je 0,1 g Phosphorsäure etwa 15 ccm, welche ganz langsam und unter Umrühren mittels der Pipette eingetröpfelt werden. Nach der Fällung fügt man $^1/_3$ Volum Ammoniakflüssigkeit hinzu, mischt tüchtig mit dem Glasstabe, läßt die Flüssigkeit zwölf Stunden stehen und filtriert dann erst durch ein Filter von bekanntem Aschegehalt oder man benutzt, wie vorstehend unter A beschrieben, ein mechanisches Rührwerk und kann dann nach halbstündigem ununterbrochenen Rühren sofort filtrieren. Die Filtration selbst und die weitere Behandlung des Niederschlags erfolgt nach obenstehender Vorschrift.

Was die Genauigkeit der beiden vorbeschriebenen Methoden der Phosphorsäurebestimmung anbetrifft, so gelten sie für gleichwertig.

III. Bestimmung des Kalis.

Die weitgehende Benutzung kalihaltiger Stoffe zu Düngezwecken hat erst mit der Auffindung der Staßfurter Kalisalze begonnen. Mit Ausnahme der kalireichen Holzasche und später der Melassenschlempekohle hatte der Landwirt vordem keine anderen Substanzen zur Deckung des Kalibedarfes seiner Felder zur Verfügung, und diese beiden konnten naturgemäß nur eine spärliche Verwendung finden.

Die oben erwähnten Salze, welche außer in Staßfurt und seiner Umgebung jetzt von zahlreichen anderen Bergwerksunternehmungen in Norddeutschland in sehr großen Mengen gefördert und sowohl im rohen wie im bearbeiteten Zustande, „raffiniert“ oder „konzentriert“ in den Handel gebracht werden[1]), sind jetzt die fast ausschließlich und überall verwendeten Kalidüngemittel; sie enthalten das Kalium im wesentlichen in drei verschiedenen Verbindungen: als schwefelsaures Kalium, als schwefelsaures Kalium-Magnesium und als Chlorkalium. Die erste Form ist die wertvollste. Holzasche und Melassenschlempekohle enthalten das Kalium zum größten Teil als kohlensaures Kalium, welches an Wert das schwefelsaure Salz noch übertrifft. Neben diesen beiden Verbindungen finden sich in der Schlempekohle auch geringe Mengen phosphorsaures und kieselsaures Kalium sowie Chlorkalium[2]).

Zur quantitativen Bestimmung des Kaliums in allen oben genannten Stoffen und Verbindungen führt man dasselbe in Kaliumplatinchlorid, ein Doppelsalz von Chlorkalium und Chlorplatin ($2\,KCl, PtCl_4$), über, bestimmt durch Wägung dessen Menge und berechnet daraus den Kaliumgehalt der untersuchten Substanz. Derselbe wird stets als Kaliumoxyd, Kali (K_2O), angegeben. Wenn das Kalium nicht bereits

[1]) Siehe die Tabelle am Schluß dieses Abschnitts.
[2]) Man vergleiche Abschnitt XII: Melassenschlempekohle.

an Chlor gebunden war, so muß es vor dem Zusammenbringen mit dem Platinsalze in die Chlorverbindung übergeführt werden.

Die Gegenwart von Natrium-, Calcium- und Magnesiumverbindungen in den Kalidüngern beeinträchtigt die Anwendbarkeit der Methode nicht, da deren Chloride mit Platinchlorid Doppelsalze geben, welche in Alkohol löslich sind, während das Kaliumplatinsalz darin unlöslich ist und durch diese Eigenschaft von jenen Verbindungen leicht und vollständig getrennt werden kann. Auch das Baryumplatinchlorid ist in Alkohol löslich, doch spaltet es sich in solcher Lösung leicht in Platinchlorid und Chlorbaryum, welches letztere in Alkohol unlöslich ist und somit Anlaß geben kann, das Kaliumplatinchlorid zu verunreinigen und bei der Wägung desselben unrichtige, zu hohe Beträge finden zu lassen. Die Anwesenheit von Baryumsalzen ist deshalb bei der chemischen Untersuchung der Kalisalze auszuschließen, ebenso die von Ammonsalzen, da das Ammoniumplatinchlorid gleich der entsprechenden Kaliumverbindung in Alkohol unlöslich ist, sowie von Schwefelsäure und von Phosphorsäure (bei phosphathaltigen Mischdüngern).

Zur Ausführung der Kalibestimmung übergießt man 10,0 g des fein zerriebenen Kalisalzes in einem dünnwandigen Literkolben mit 400 ccm heißem Wasser, säuert mit 1 ccm Salzsäure an, erhitzt, hält die Lösung 15 Minuten lang im Sieden und fügt so lange Chlorbaryumlösung hinzu, bis durch weiteren tropfenweisen Zusatz in der klar über dem Bodensatz stehenden Flüssigkeit kein Niederschlag mehr erzeugt wird. Die vorhandene Schwefelsäure wird hierdurch ausgefällt und eine Umsetzung ihrer Salze in Chlorverbindungen bewirkt.

Ein erheblicher Überschuß von Chlorbaryum ist zu vermeiden.

In der noch heißen Flüssigkeit fällt man nun, ohne den entstandenen Niederschlag von schwefelsaurem Baryum zu berücksichtigen, durch Zusatz von kohlensaurem Ammon und Ammoniak den kleinen Überschuß des zugefügten Baryumsalzes wieder aus, sowie die etwa vorhandenen Mengen von Kalk, Magnesia, Eisenoxyd und Tonerde, erwärmt, wenn auf erneuten Zusatz von kohlensaurem Ammon keine weitere Fällung erfolgt, eine halbe Stunde lang auf siedendem Wasserbade, füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke (= 1000 ccm) auf, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Glas [1]).

---

[1]) Die natürlich vorkommenden Kalisalze enthalten keine Phosphorsäure. Liegen, was selten vorkommt, Mischungen von phosphorsäurehaltigen Düngern und Kalisalzen zur Untersuchung vor, so fällt man, nachdem die vorhandene Schwefelsäure durch Chlorbaryum beseitigt ist, im ammoniakalisch gemachten Filtrat die Phosphorsäure heiß durch Eisenchlorid als phosphorsaures Eisenoxyd und danach durch Zusatz von kohlensaurem Ammon die überschüssig zugesetzten Eisen- und Baryumsalze aus.

Zur Entfernung der Ammonsalze dampft man von dem klaren Filtrat 100 ccm (1,0 g des abgewogenen Kalisalzes entsprechend) in einer Porzellan- oder Platinschale zur Trockne und verflüchtigt vorsichtig, um Verspritzen zu vermeiden, die Ammonsalze durch gelindes Glühen, nimmt dann den Rückstand mit wenig heißem Wasser auf, filtriert durch ein sehr kleines, sorgsam nachzuwaschendes Filter in eine Porzellanschale und fügt 10 ccm einer neutralen Lösung reinen Platinchlorids (= 1,0 g Platin enthaltend) hinzu.

Man dampft die Flüssigkeit an einem ammoniakfreien Orte auf dem Wasserbade ein, bis der Rückstand trocken, läßt erkalten und übergießt ihn mit 5 bis 10 ccm Alkohol von 80 Raumprozenten[1]), welcher nun, wie bereits oben bemerkt, die Doppelsalze des Platinchlorids mit Chlornatrium und den etwa noch vorhandenen Spuren von Chlormagnesium und Chlorcalcium löst, das Kaliumplatinchlorid aber ungelöst zurückläßt[2]).

Es muß für die Bildung dieser Doppelsalze stets ein Überschuß an Platinchlorid vorhanden sein, der Abdampfungsrückstand, wie auch der zuerst zugefügte Alkohol tief gelb gefärbt erscheinen. Ist der Rückstand hellgelb, oder bleibt der zugesetzte Alkohol farblos, so war zu wenig Platinchlorid verwendet, die Bestimmung ist dann zu wiederholen. Der Rückstand wird in der Schale mittels eines kleinen Mörserpistills ganz fein zerrieben, wodurch man die Lösung der neben dem Kaliumplatinchlorid vorhandenen Doppelsalze sehr beschleunigt; nach Zufügung einiger weiterer Cubikcentimeter Alkohol und 15 Minuten langem Stehen gießt man die Flüssigkeit auf ein kleines, mit Alkohol befeuchtetes, gewogenes Filter, wobei man Sorge trägt, daß die zuerst aufgegossenen Anteile den Rand des Filters nicht erreichen, rührt den Rückstand wiederholt in der Schale mit je 20 bis 25 ccm 80 proz. Alkohol durch und spült ihn schließlich mit Hilfe einer Alkoholspritzflasche (Fig. 137) ohne Verlust in das Filter zusammen, welches in sparsamer Weise mit kleinen Anteilen desselben Alkohols vollständig ausgewaschen wird. Ein sehr schnelles Auswaschen des Kaliumplatinchlorids wird durch Anwendung von heißem Alkohol erreicht. Filter und Inhalt werden nach oberflächlichem Abtrocknen vorsichtig in ein Filtertrockenglas übertragen, bei 105° C im Trockenschrank getrocknet und nach dem

Fig. 137.

[1]) Chem.-Ztg. 1910, Nr. 116, S. 1034; Zeitschr. f. anal. Chem. 50, 33.

[2]) Das Natriumplatinchlorid ist in entwässertem Zustande in Alkohol leichter löslich als in wasserhaltigem, man dampft aus diesem Grunde bis zur Trockne ein.

Erkalten im Exsikkator gewogen. Man bringt dann das Filter in den Trichter zurück, löst den Niederschlag durch kleine Mengen heißen Wassers vollständig auf, wäscht das Filter, auf dem etwaige Verunreinigungen des Niederschlags zurückbleiben, sorgfältig mit Wasser aus, trocknet wieder bei 105° C und wägt es in dem benutzten Filtertrockenglase zurück. Der Unterschied gegen die erste Wägung entspricht der Menge des Kaliumplatinchlorids, woraus durch Multiplikation mit dem Faktor 0,1938 die in dem verwendeten Anteil der Lösung enthaltene Menge Kali sich berechnet.

Beispiel. 10,0 g Kalisalz sind abgewogen und gaben nach vorstehender Behandlung 1000 ccm Lösung. 100 ccm = 1,0 g Salz sind, wie oben angegeben, verdampft, der Glührückstand ist mit Platinchlorid versetzt und lieferte nach dem letzten Trocknen folgendes Ergebnis:

Glas + Filter + Platinsalz	24,1411 g,
Glas + Filter	23,4501 g,
mithin reines Kaliumplatinchlorid . .	0,6910 g.

Nach Multiplikation dieser Zahl mit dem Faktor 0,1938 ergibt sich 0,6910 × 0,1938 = 1,33916 g Kali (K_2O) in 1,0 g Salz, mithin 13,39 Proz.

Ausführung der Untersuchungen.

1. Blut-, Fleisch-, Horn- und Ledermehl, Fischguano.

Das Blutmehl besteht aus dem in den großen Schlachthäusern entfallenden, mit Gipszusatz eingetrockneten Blut, Fleischmehl aus unter hohem Druck gedämpften, getrockneten und gemahlenen Fleischabfällen und Körpern verendeter Tiere, die gemahlenen Abfälle der Lederfabrikation geben das sehr langsam im Boden sich zersetzende und dementsprechend nur in geringem Maße nutzbar werdende Ledermehl. Fischguano ist ein Abfallserzeugnis von der Stockfischbereitung und sonstigen Fischereibetrieben. Es zeichnen sich diese Düngemittel durch einen hohen Stickstoffgehalt aus, welcher auch der wertbestimmende Bestandteil ist. Die meisten enthalten daneben geringe Menge Phosphorsäure und Kali, deren Bestimmung indessen selten gefordert wird.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

10,0 g werden im Messingschälchen (Fig. 59 oder 60, S. 135) zwei bis drei Stunden bei 105° C im Trockenschrank erhitzt. Der Gewichtsverlust wird als Wassergehalt angegeben.

B. Bestimmung des Stickstoffs.

Es werden dazu 1,0 bis 1,5 g nach Kjeldahl mit Schwefelsäure nach I, A, S. 415 verbrannt.

C. Bestimmung der Phosphorsäure.

In einem etwa 300 ccm fassenden Kochkolben übergießt man 5,0 g Substanz mit 50 ccm Königswasser[1]), fügt, wenn Aufschäumen stattfindet, eine kleine Menge Paraffin hinzu, erhitzt langsam zum Kochen und hält die Flüssigkeit eine halbe Stunde lang bei dieser Temperatur. Nach dem Erkalten spült man die Lösung verlustlos in einen 500-ccm-Kolben (etwa vorhandener Sand und Ton bleibt unberücksichtigt), füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Glas.

50,0 ccm dieser Lösung (= 0,5 g Substanz) werden zur Fällung abgemessen und nach II, A oder B, S. 429 und 430.

[1]) 3 Raumteile Salzsäure vom spez. Gew. 1,12 und 1 Raumteil Salpetersäure vom spez. Gew. 1,25.

28*

D. Bestimmung von Sand und Ton.

Bei auffällig niedrigem Stickstoffgehalt kann die Bestimmung des Sandes und Tones notwendig werden, um etwaige Verunreinigungen mineralischer Art aufzudecken. Man verascht 5,0 g im Tiegel, erwärmt die erhaltene Asche mit etwas Salpetersäure und Wasser und filtriert den unlöslichen Rückstand ab. Ausgewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen, stellt er die vorhandene Menge von Sand und Ton dar.

2. Kalkstickstoff. Stickstoffkalk.

Der Kalkstickstoff wird nach dem Verfahren von Frank und Caro durch Bindung des atmosphärischen Stickstoffs beim Überleiten über feingepulvertes, weißglühendes Calciumcarbid dargestellt[1]). Es entsteht dabei Calciumcyanamid, welches unter obigen Namen als grauschwarzes, staubtrockenes Pulver in den Handel gebracht wird.

Setzt man nach einem abgeänderten Verfahren dem Calciumcarbid vor dem Erhitzen eine gewisse Menge Chlorcalcium zu, so erfolgt die Stickstoffbindung demnächst leichter und auch bei niedrigerer Temperatur. Man erhält eine gesinterte Masse, welche nach dem Erkalten zu feinem Pulver gemahlen wird und den Namen Stickstoffkalk führt.

Als wertbestimmenden Bestandteil besitzen beide Fabrikate etwa 20 Proz. Stickstoff und enthalten neben reichlichem Vorhandensein von Ätzkalk wechselnde Mengen von Kohlenstoff, Kieselsäure und anderen unerheblichen Stoffen.

Die Bestimmung des Stickstoffs erfolgt nach der Kjeldahl-Methode. Man verwendet 1,0 g der gut gemischten Probe, 30 ccm Phosphorsäureanhydrid-Schwefelsäure und erhitzt nach Zusatz von 1 Tropfen Quecksilber etwa drei Stunden lang. Die weitere Behandlung folgt genau den Vorschriften unter I. A, S. 415.

3. Knochenmehl.

Als „Knochenmehl“ ist nur dasjenige Mehl zu bezeichnen, welches aus fabrikmäßig gereinigten Knochen oder Teilen derselben ohne jeden anderweitigen Zusatz und nur unter Entnahme von Fett und Leim hergestellt ist.

Unter fabrikmäßiger Reinigung der Knochen ist zu verstehen das sorgfältige Aussondern von Hufen, Klauen, Hörnern und anderen Hornteilen, von Wolle sowie anderen Beimengungen nicht tierischen Ursprungs[2]).

---

[1]) CaC_2 (Calciumcarbid) + 2 N = $CaCN_2$ (Calciumcyanamid) + C.

[2]) Landwirtschaftliche Versuchsstationen 1890, **37**, 28.

Den Wert eines Knochenmehles bedingt sein Gehalt an Phosphorsäure und Stickstoff, daneben die größere oder geringere Feinheit seiner mechanischen Zerteilung.

„Entleimte" Knochenmehle enthalten weniger Stickstoff und mehr Phosphorsäure als „rohe" oder „gedämpfte" [1]). Die Phosphorsäure ist im unlöslichen Zustande vorhanden. Das sog. aufgeschlossene Knochenmehl ist ein Superphosphat und wird nach den bezüglichen Vorschriften (unter 6., S. 441) analysiert.

Schüttelt man ein reines Knochenmehl in einem Reagenzrohr mit Chloroform, so müssen alle Bestandteile desselben zu Boden sinken; minderwertige Beimischungen, wie Hornmehl, Ledermehl und dergleichen, bleiben wegen ihres geringen spezifischen Gewichtes an der Oberfläche der Flüssigkeit und können auf diese Weise erkannt und getrennt werden.

A. Bestimmung der Feuchtigkeit.

10,0 g werden in üblicher Weise bei 105° C zwei bis drei Stunden getrocknet.

B. Bestimmung des Stickstoffs.

Man verbrennt 1,5 g bei Benutzung der Methode von Kjeldahl.

C. Bestimmung der Phosphorsäure, sowie des Sand- und Tongehaltes.

10,0 g werden zuerst im bedeckten, dann im schräg gelegten Platintiegel (Fig. 108, S. 279) unter Luftzutritt bei gelinder Hitze verascht. Die in eine Porzellanschale gespülte Asche, mit Salpetersäure erwärmt, hinterläßt einen unlöslichen Rückstand von Sand und Ton, welcher abfiltriert, geglüht und gewogen wird. Man filtriert in einen 500-ccm-Kolben, läßt erkalten, verdünnt Filtrat und Waschwasser bis zur Marke und bestimmt in 25 ccm Flüssigkeit (= 0,5 g Knochenmehl) den Gehalt an Phosphorsäure nach II, S. 426.

Handelt es sich um Bestimmung der Phosphorsäure allein, so löst man die Asche gleich in dem 500-ccm-Kolben, füllt nach dem Erkalten mit Wasser bis zur Marke, filtriert durch ein Faltenfilter in ein unbenäßtes Glas und fällt die Phosphorsäure im Filtrat wie oben.

4. Knochenkohle und deren Abfall, Knochenasche, präzipitierte Phosphate (Präzipitate), Rohphosphate.

Alte, zu den Zwecken der Zuckerfabrikation usw. unbrauchbar gewordene Knochenkohle und der im Fabrikbetriebe sich ergebende

[1]) Die entleimten Knochenmehle haben 1 bis 3 Proz. Stickstoff und 24 bis 30 Proz. Phosphorsäure, die gedämpften 3 bis 5 Proz. Stickstoff und 19 bis 25 Proz. Phosphorsäure.

Abfall derselben dienen zur Darstellung der sog. Knochenkohlensuperphosphate. Das Rohmaterial ist um so wertvoller, je mehr phosphorsaures und je weniger kohlensaures Calcium es enthält, da das letztere die zum Aufschließen erforderliche Säuremenge ohne Nutzen für das darzustellende Fabrikat vergrößert[1]).

Die Knochenasche gewinnt man in Südamerika durch Verbrennung der Knochen und sonstiger tierischer Abfälle, welche bei dem Mangel an Holz in den dortigen großen Schlächtereien als Brennmaterial benutzt werden.

Die gefällten oder präzipitierten Phosphate (Präzipitate) werden in chemischen und Leimfabriken dargestellt, indem man aus der durch Salzsäure aus gemahlenen Knochen ausgezogenen Phosphorsäurelösung durch Zusatz von Kalkmilch phosphorsauren Kalk ausfällt oder „präzipitiert". Rohphosphate, wie Florida-, Karolinaphosphat und ähnliche, Baker-, Mejillones-, Curacao-, Jarvis-, Malden-Guanos u. dgl., Apatite, Phosphorite und Koprolithen, sind phosphorsaure Kalke mineralischer Natur, welche sich fertig gebildet vorfinden und zum größten Teil aus überseeischen Plätzen eingeführt werden.

Man bestimmt, wenn nötig, die Feuchtigkeit, sonst nur die Phosphorsäure; bei Knochenkohle und Knochenasche auch das kohlensaure Calcium. Vor der Bestimmung der Phosphorsäure ist unter allen Umständen etwa vorhandene Kieselsäure abzuscheiden. Stickstoff ist in allen diesen Stoffen gar nicht oder nur in so geringen Mengen enthalten, daß sie auf die kaufmännische Bewertung keinen Einfluß üben.

A. Bestimmung der Feuchtigkeit.

10,0 g werden im Filtertrockenglase zwei bis drei Stunden bei 110° C, Knochenkohle bei 140° C getrocknet. Von feuchtem Knochenkohlenabfall oder sog. Knochenkohlenschlamm trocknet man außerdem eine größere Menge, bestimmt darin den ihr verbliebenen Rest von Feuchtigkeit, verwendet davon zur Analyse und berechnet die Analysenergebnisse demnächst auf den ursprünglichen Wassergehalt.

B. Bestimmung der Phosphorsäure.

Die Auflösung des Phosphats geschieht nach der Vorschrift unter 1. C (S. 435): durch halbstündiges Kochen von 5,0 g mit 50 ccm Königswasser. Die Mineralphosphate müssen dazu überaus fein gepulvert sein.

---

[1]) Die Menge der zum Aufschließen von Knochenkohle erforderlichen Menge Schwefelsäure berechnet sich nach den Zersetzungsformeln:

$$Ca_3(PO_4)_2 + 2\,H_2SO_4 = 2\,CaSO_4 + CaH_4(PO_4)_2$$
$$CaCO_3 + H_2SO_4 = CaSO_4 + CO_2 + H_2O.$$

Danach sind auf je 1 Tl. Phosphat 0,633 Tle. Schwefelsäure und auf je 1 Tl. Karbonat der Knochenkohle 0,981 Tle. Schwefelsäure zum

Zu starkes Aufschäumen (bei Gegenwart von viel kohlensaurem Kalk) dämpft man durch Zusatz einiger Tropfen Äther, zu heftige Entwickelung der roten Dämpfe von Stickstoffdioxyd hält man, wenn ein Übersteigen befürchtet werden muß, durch ganz wenig Paraffin in den erforderlichen Grenzen.

Nach dem Erkalten gießt man die Flüssigkeit in einen 500-ccm-Kolben, spült sorgfältig nach, füllt bis zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein ungenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Glas.

Ist auf Kieselsäure Rücksicht zu nehmen, wie bei allen Mineralphosphaten, so verdampft man 200,0 ccm des Filtrats (= 2,0 g Substanz) in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade, bis der Rückstand staubtrocken erscheint und keine sauren Dämpfe mehr entweichen. Nach dem Erkalten durchfeuchtet man den Rückstand mit einigen Tropfen Salzsäure, fügt nach etwa 15 Minuten heißes Wasser hinzu, erwärmt etwas und spült den Gesamtinhalt der Schale verlustlos in einen 200-ccm-Kolben. Nach dem Erkalten mischt man und filtriert durch ein ungenäßtes Faltenfilter, auf dem die durch die vorstehende Behandlung unlöslich gewordene Kieselsäure zurückbleibt, in ein trockenes Glas. In 50 ccm des Filtrats = 0,5 g Substanz fällt man dann die Phosphorsäure nach II, S. 426.

Der Betrag des schließlich erhaltenen pyrophosphorsauren Magnesiums, mit dem Faktor 0,6378 multipliziert, gibt die entsprechende Menge Phosphorsäureanhydrid, mit 1,3936 die entsprechende Menge des dreibasischen Calciumphosphats an.

C. Bestimmung des kohlensauren Kalkes.

Sie wird unter Verwendung von 2 bis 4 g mittels des Geißlerschen Apparates (S. 299, Fig. 110) ausgeführt.

5. Thomasschlacke (Thomasmehl.)

a) Bestimmung der Gesamtphosphorsäure.

Von dem in feinpulverigem Zustande in den Handel gebrachten Mehle werden 10,0 g abgewogen, in einem dünnwandigen 500-ccm-Kolben mit einigen Cubikcentimetern verdünnter Schwefelsäure (1 Tl. Schwefelsäure, 2 Tle. Wasser) aufgeschlemmt, unter Umschwenken mit 50 ccm konzentrierter Schwefelsäure übergossen und so lange gekocht, bis die ganze Masse dickflüssig wird und starkes Stoßen eintritt. Ohne die ausgeschiedenen Flocken von Kieselsäure zu beachten, füllt man nach dem Erkalten sehr vorsichtig und allmählich mit Wasser bis zur

völligen Aufschließen zu verwenden. Die hieraus sich berechnende Gesamtmenge von Schwefelsäure (H_2SO_4) ist dann noch auf die dem Gehalt an H_2SO_4 entsprechende Menge derjenigen Schwefelsäure des Handels umzurechnen, welche zum Aufschließen benutzt werden soll.

Marke, mischt gut und filtriert durch ein unbenäßtes, faltiges Filter in ein trockenes Gefäß. In 50 ccm des klaren Filtrats, = 1,0 g Thomasmehl, wird alsdann nach der Zitratmethode (S. 429) die Phosphorsäure gefällt und, wie dort angegeben, bestimmt.

b) Bestimmung der im Boden wirksamen (zitronensäurelöslichen) Phosphorsäure.

Während starke Säuren, wie die Schwefelsäure bei a), die Gesamtmenge der Phosphorsäure in Lösung führen, so vermag man, nach Wagner, durch Einwirkung sehr verdünnter Säuren auf Thomasmehl die im Boden wirksam werdende Phosphorsäure allein in wässerige Lösung zu bringen. Man benutzt dazu eine zweiprozentige Lösung von Zitronensäure und bezeichnet danach, wie schon S. 427 ausgeführt, den betreffenden, im Boden wirksamen Anteil als „zitronensäurelösliche" Phosphorsäure.

Man verfährt folgendermaßen:

5,0 g Thomasphosphatmehl bringt man in einen 500-ccm-Kolben, welcher, um ein Zusammenballen des Mehles zu verhüten, mit 1 ccm Alkohol beschickt war, und füllt mit einer zweiprozentigen Zitronensäurelösung von 17,5° C bis zur Marke auf. Nach Schluß der Flasche mit einem Gummistopfen wird dieselbe 30 Minuten lang geschüttelt[1]), worauf man den Inhalt sofort filtriert.

Vor Ausführung der Phosphorsäurefällung in diesem zitronensauren Auszuge, welche nach der Methode von Böttcher vorgenommen wird, hat man nach einem von Kellner[2]) angegebenen Verfahren zu prüfen, ob ein Thomasmehl vorliegt, welches wegen eines außergewöhnlich hohen Gehaltes an Kieselsäure deren vorherige Abscheidung erfordert oder ob letztere unterlassen werden kann.

Diese Vorprüfung geschieht folgendermaßen: 50 ccm des zitronensauren Auszuges werden mit 50 ccm einer ammoniakalischen Zitratlösung[3]) ungefähr eine Minute lang gekocht und dann fünf bis zehn Minuten beiseite gestellt. Ist ein die Böttchersche direkte Fällung störender Gehalt an löslicher Kieselsäure vorhanden, so scheidet sich aus der Lösung ein in Salzsäure nicht völlig auflösbarer Niederschlag aus. Stellt sich diese Reaktion ein oder bleibt sie zweifelhaft, so ist die Kieselsäure vor Ausfällung der Phosphorsäure, wie nachstehend, abzuscheiden.

Abscheidung der Kieselsäure. 100 ccm des zitronensauren Auszuges werden unter Zusatz von 7,5 ccm Salzsäure von 1,12 spez. Gew.

---

[1]) Nach einer unter den landwirtschaftlichen Versuchsstationen vereinbarten Methode soll dies Schütteln mit einem Rotierapparat geschehen, der 30 bis 40 Umdrehungen in der Minute macht. (Landwirtschaftliche Versuchsstationen **47**, 160.)

[2]) Chem.-Ztg. 1902, **26**, 1151.

[3]) 110 g Zitronensäure, 400 g Ammoniak von 24 Proz. mit Wasser zu 1000 ccm aufgefüllt.

auf dem Wasserbade zu einem nicht mehr nach Salzsäure riechenden Sirup eingedampft, der Abdampfrückstand wird noch heiß mit 1,5 bis 2,0 ccm obiger Salzsäure gründlich verrührt und mit Wasser verlustlos in einen 100-ccm-Kolben gespült. Nach dem Erkalten wird zur Marke aufgefüllt und filtriert.

50 ccm dieses Filtrats, oder, falls die Abscheidung der Kieselsäure nicht erforderlich war, 50 ccm des wie oben dargestellten zitronensauren Auszuges versetzt man in einem Becherglase mit 50 ccm einer besonderen, für diesen Zweck bereiteten zitrathaltigen Magnesiamischung [Kellner-Böttchersche Lösung[1])] und rührt den entstehenden Niederschlag mittels einer mechanischen Vorrichtung, Fig. 136, S. 429, eine halbe Stunde lang aus. Unmittelbar darauf wird filtriert. Der Niederschlag von phosphorsaurem Ammonmagnesium enthält, nach dieser Vorschrift behandelt, keine Kieselsäure, welche namentlich bei längerem Stehen der Flüssigkeit demselben sich leicht beimischt; seine weitere Behandlung erfolgt nach II, S. 428.

Der Glührückstand, mit dem Faktor 0,6378 multipliziert, ergibt den Gehalt an „zitronenlöslicher Phosphorsäure" in 0,5 g des verwendeten Thomasmehles[2]).

6. Superphosphate.

Die Superphosphate oder aufgeschlossenen Phosphate enthalten als wertbestimmenden Bestandteil zunächst wasserlösliche Phosphorsäure (einbasisch-phosphorsauren Kalk), die aus stickstoffhaltigen Rohstoffen oder mit Zusätzen stickstoffhaltiger Stoffe, wie schwefelsaurem Ammon oder Chilesalpeter, hergestellten zugleich auch einen wertvollen Stickstoffgehalt. Sie werden in der Regel nach den zu ihrer Darstellung benutzten Rohstoffen benannt. (Aufgeschlossener Peruguano, aufgeschlossenes Knochenmehl, Knochenkohlensuperphosphat, Ammoniaksuperphosphat, Ammoniak-Salpetersuperphospat usw.) Die sog. Doppelsuperphospate, welche bis zu 40 Proz. wasserlöslicher Phosphorsäure enthalten, werden durch eine besondere Fabrikationsmethode hergestellt, bei welcher man

Fig. 138.

$\frac{2}{5}$

[1]) Siehe Anhang.

[2]) Je feiner die Mahlung der Thomasschlacke, je größer ist der Betrag an Phosphorsäure, der durch die Zitronensäure in Lösung geht. Aus diesem Grunde ist für den Fabrikanten, der, wie üblich, nach dem Gehalt an „zitronensäurelöslicher Phosphorsäure" verkauft, die Herstellung feinsten Mehles eine Notwendigkeit geworden, so daß die früher geforderte Garantie einer bestimmten Menge Feinmehles wegfallen durfte. Aus diesem Grunde ist auch im Laboratorium eine weitere Zerkleinerung, als wie die Handelsware sie aufweist, nicht erforderlich. (Landwirtschaftliche Versuchsstationen 47, 164.)

zum Aufschließen der Rohphosphate, anstatt der sonst benutzten Schwefelsäure, Phosphorsäure benutzt.

Ein mangelhaftes Aufschließen läßt größere oder geringere Mengen unlöslicher Phosphorsäure in den Fabrikaten zurück, über deren Bestimmung bereits oben, S. 428, das Nötige gesagt wurde.

Zum Abwägen der bisweilen feuchten und stark sauren Superphosphate benutzt man nicht das gewöhnliche Tarierblech, sondern zweckmäßiger ein Tarierglas, wie Fig. 138, S. 441 zeigt. Es hat den Vorzug, daß es von der sauren Substanz nicht angegriffen wird; es ist leicht und hat ein unveränderliches Taragewicht.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

10,0 g Superphosphat werden, am besten in einem Filtertrockenglase, Fig. 104, S. 254, drei Stunden lang im Trockenschranke bei 100° C erhitzt, der Gewichtsverlust gilt als Feuchtigkeit und wird in bekannter Weise auf Prozente berechnet.

B. Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure.

20,0 g Superphosphat werden auf dem Tarierglas abgewogen und mit Hilfe eines weithalsigen Glastrichters (mit kurzem Röhrenansatz) in einem Literkolben gespült. Man fügt noch so viel Wasser hinzu, daß der Kolben 800 ccm enthält [1]), setzt einen gut schließenden Glas- oder Gummistopfen auf und schüttelt ununterbrochen und kräftig 30 Minuten lang.

Sind derartige Bestimmungen häufiger vorzunehmen, so bedient man sich einer Schüttelmaschine, wie sie zu diesem Zwecke mehrfach konstruiert worden, und entweder mit Hand oder durch kleine Motoren — Heißluftmaschinen oder kleine, durch die Wasserleitung oder Elektrizität bewegte Turbinen — zu betreiben sind.

Nach Ablauf der angegebenen Zeit öffnet man den Kolben vorsichtig, spült den Stopfen in die Flasche ab, füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Faltenfilter in eine trockene oder in eine mit dem Filtrat mehrmals ausgespülte Flasche.

In 50 ccm des klaren Filtrats bestimmt man die Phosphorsäure nach S. 429 oder 430.

Die Lösungen von Doppelsuperphosphaten müssen vor der Fällung der Phosphorsäure kurze Zeit mit Salpetersäure gekocht werden, um etwa vorhandene Pyrophosphorsäure in Ortho- oder dreibasische Phosphorsäure umzuwandeln. Bei sonst gleicher Behandlung verwendet man von dem erhaltenen Filtrat, des hohen Gehalts an Phosphorsäure wegen, nicht 50,0, sondern nur 25,0 ccm (= 0,5 g Substanz), verdünnt

---

[1]) Man gibt den Kolben zu diesem Behufe zweckmäßig eine entsprechende Marke.

mit etwa 75 ccm Wasser und kocht nach Zusatz von 10 ccm Salpetersäure (spez. Gew. 1,42) etwa 15 Minuten lang.

Die stark saure Flüssigkeit versetzt man mit Ammoniak, bis die Reaktion nur noch schwach sauer ist, und verfährt dann nach I, S. 429 u. f.

C. Bestimmung der unlöslichen Phosphorsäure.
(Gesamtphosphorsäure.)

5,0 g Superphosphat werden in einem Kochkolben mit 50 ccm Königswasser genau nach den diesbezüglichen Vorschriften unter 1 C, S. 435, eine halbe Stunde lang gekocht, wodurch der unlöslich gebliebene Rest der Phosphorsäure aufgeschlossen wird. Nach dem Erkalten bringt man die Flüssigkeit samt dem Rückstande in einen 500-ccm-Kolben, spült sorgfältig nach, füllt bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein unbenäßtes Faltenfilter in eine trockene Flasche. In 50,0 ccm des Filtrats (= 0,5 g Substanz) bestimmt man die Phosphorsäure. Der so erhaltene Zahlenwert ist der Ausdruck für den Gesamtgehalt an Phosphorsäure in der untersuchten Substanz und wird, wenn verlangt, als „Gesamtphosphorsäure" aufgeführt.

Der Mehrbetrag an Prozenten Phosphorsäure, welchen diese Bestimmung gegen die der wasserlöslichen Phosphorsäure in derselben Substanz, unter B, ergab, wird als unlösliche Phosphorsäure angegeben.

D. Bestimmung des Stickstoffs.

Man ermittelt denselben, wenn er in organischer Form vorhanden und durch Vorprüfung die Abwesenheit salpetersaurer Salze dargetan ist, nach der Methode von Kjeldahl [I. A, S. 415], bei gleichzeitiger Anwesenheit von Salpetersäuresalzen und Ammoniakverbindungen nach der Methode von Kjeldahl-Jodlbauer (S. 419) und verwendet, je nach der voraussichtlich vorhandenen oder angegebenen Menge Stickstoff 1 bis 3 g Substanz. Um die für eine Entnahme so kleiner Quantitäten erforderliche vollständigste Gleichartigkeit des betreffenden Musters herzustellen, werden 20 bis 30 g der fein gepulverten Substanz im Porzellanmörser verrieben, bis in der — häufig teigartig gewordenen — Masse nicht die geringste Ungleichmäßigkeit mehr wahrgenommen werden kann. Mittels eines kleinen Spatels sticht man, und zwar von verschiedenen Stellen, kleine Anteile heraus, bis die ungefähr benötigte Menge auf dem Tarierglase vorhanden, und stellt dann deren Gewicht genau fest.

Ist der Stickstoff ausschließlich als Ammoniak zugegen, oder ist die Menge des in dieser Form vorhandenen Stickstoffs zu bestimmen, so wendet man die Destillationsmethode (I. C, S. 420) an.

In solchem Falle kann man sich die Abwägung eines besonderen Anteils des zu untersuchenden Stoffes für die Stickstoffbestimmung er-

sparen, indem man gleich einen angemessenen Teil derjenigen Flüssigkeit benutzt, welche für die Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure hergestellt war, 100 oder 200 ccm (= 2,0 bzw. 4,0 g Substanz).

Enthalten die Superphosphate den vorhandenen Stickstoff nur in Form von Chilesalpeter, oder ist in einer Düngermischung die Menge des Salpeterstickstoffs gesondert zu bestimmen, so verfährt man am einfachsten nach Vorschrift I. D (Methode Schlösing-Grandeau), S. 421[1]).

Die „Normal-Salpeterlösung“, von welcher je 5,0 ccm annähernd 100 ccm Stickstoffoxydgas bei der Zersetzung liefern, wird laut S. 424 durch Auflösung von 33,0 g reinen, trockenen Natronsalpeters (mit 16,48 Proz. Stickstoff) zu 500 ccm Flüssigkeit hergestellt.

Dementsprechend wägt man von einem Düngergemisch mit etwa 8 Proz. Salpeterstickstoff ebenfalls 33,0 g ab, spült in einen 500-ccm-Kolben, füllt nach erfolgter Lösung des Salpeters mit Wasser bis zur Marke[2]), mischt und filtriert durch ein ungenäßtes Filter in ein trockenes Glas.

Vom Filtrat verwendet man doppelt so viel wie oben, also 10,0 ccm, zur Zersetzung und hat dann das Schlußergebnis durch 2 zu dividieren.

Würde das Düngergemisch nur etwa 4 Proz. Salpeterstickstoff enthalten, so bringt man die doppelte Menge Substanz, also 66,0 g, zu 500 ccm und zersetzt je 10,0 ccm des Filtrats. In diesem Falle ist die erhaltene Zahl natürlich um das Vierfache zu hoch, also durch 4 zu dividieren.

Fehlen Gehaltsangaben, so müssen Vorversuche mit je 5,0 ccm Filtrat die nötige Gewißheit schaffen.

Beispiel. Ein „Ammoniak-Salpeter-Superphosphat“, verkauft „mit 8 Proz. wasserlöslicher Phosphorsäure, nebst 4 Proz. Ammoniakstickstoff und 4 Proz. Salpeterstickstoff“, liegt zur Untersuchung vor.

20,0 g werden abgewogen, mit 800 ccm Wasser im Literkolben vorschriftsmäßig geschüttelt und bis auf 1000 ccm verdünnt.

50,0 ccm des Filtrats (= 1,0 g Substanz) dienen zur Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure nach I, S. 426.

Es wurden nach Abzug der Filterasche gefunden 0,1245 g pyrophosphorsaures Magnesium; 0,1245 × 0,6378 = 0,079406 Phosphor-

[1]) Will man bei Düngermischungen die Reduktionsmethode nach Ulsch (S. 425) benutzen und ist gleichzeitig Stickstoff in Form von Ammoniak vorhanden, so erhält man natürlich bei der schließlichen Destillation auch das letztere mit im Destillat. Bei der Berechnung ist darauf Rücksicht zu nehmen, das ursprünglich vorhanden gewesene Ammoniak für sich zu bestimmen und von der nach Ulsch erhaltenen Gesamtmenge des Ammoniaks in Abzug zu bringen. Der verbleibende Rest ist dann auf Salpeter umzurechnen.

[2]) Der ungelöste Rückstand bleibt unberücksichtigt, sein Volum bedingt allerdings einen gewissen Fehler; die Analyse fällt um einen, allerdings sehr kleinen Betrag zu hoch aus.

säure in 1,0 g Substanz, mithin in 100 g = 7,94 Proz. wasserlösliche Phosphorsäure.

100 ccm des Filtrats dienen zur Bestimmung des Ammoniaks nach der Destillationsmethode (S. 420). 20,0 ccm Normalschwefelsäure sind vorgeschlagen worden; bei der Schlußtitration sind 74,4 ccm Ätzbarytlösung erforderlich gewesen. 1,0 ccm Ätzbarytlösung entspricht 0,002664 g Stickstoff (S. 419).

Es ist anzusetzen:

20,0 ccm Normalschwefelsäure	=	0,28020 g Stickstoff,
74,4 „ Ätzbarytlösung × 0,002664	=	0,19820 „ „
100 ccm Filtrat = 2,0 g Substanz	=	0,08200 g Stickstoff.

$$2{,}0\,g : 0{,}08200 = 100 : x.$$

$x = 4{,}10$ Proz. Ammoniakstickstoff.

Zur Bestimmung des Salpeterstickstoffs sind 66,0 g Superphosphat, wie oben vorgeschrieben, auf 500 ccm Flüssigkeit gebracht, davon sind je 10,0 ccm nach Schlösing-Grandeau (S. 421) zersetzt.

5,0 ccm Normalsalpeterlösung geben:	a)	95,5 ccm Stickstoffoxydgas,
	b)	95,5 „ „
10,0 „ des obigen Filtrats geben:	a)	90,6 „ „
	b)	90,4 „ „

im Mittel also 90,5 ccm Stickstoffoxydgas.

$$95{,}5 : 16{,}48 = 90{,}5 : x,$$
$$x = 15{,}616$$

$\frac{15{,}616}{4} = 3{,}90$ Proz. Stickstoff in Form von Chilesalpeter.

Das Superphosphat enthielt demnach:

7,94 Proz. wasserlösliche Phosphorsäure,
4,10 „ Ammoniakstickstoff und
3,91 „ Salpeterstickstoff.

7. Salpeter.

A. Chilesalpeter.

Der nach dem Lande seiner Herkunft benannte und dort durch Auslaugen gewisser salpeterhaltiger Erdschichten und Eindampfen der erhaltenen Lösungen fabrikmäßig gewonnene Chilesalpeter besteht aus salpetersaurem Natrium und enthält, wenn er unverfälscht ist, nur ganz geringe Beimengungen anderer Salze, wie Chlornatrium, etwa 1 Proz., schwefelsaures Calcium, 0,3 bis 0,4 Proz., und Spuren von Chlormagnesium, dazu etwas Feuchtigkeit, bis 2,5 Proz., sowie organische Stoffe, Sand- und Tonteilchen in unerheblicher Menge, — Verunreinigungen, welche sämtlich seine Verwendung als Düngemittel in keiner Weise beeinträchtigen.

Dagegen hat sich häufig in verschiedenen Salpeterlieferungen ein nesterweises Vorkommen von überchlorsaurem Kalium oder Perchlorat ($KClO_4$) gezeigt, ein Salz, welches nach vielen Erfahrungen als ein starkes Pflanzengift, namentlich für Halmfrüchte, anzusehen ist. Neben demselben finden sich nicht selten auch die Salze der Chlorsäure (Chlorate), denen dieselbe Schädlichkeit zukommt [1]).

Die quantitative Bestimmung des etwa vorhandenen Perchlorats und Chlorats, welche bis zu mehreren Prozenten im Chilesalpeter nachgewiesen sind, sollte deshalb bei sorgfältiger Prüfung derartiger Ware nicht unterlassen werden.

Der wertbestimmende Bestandteil des Chilesalpeters, der Stickstoff, wird entweder nach der unter D, auf S. 421 beschriebenen Methode von Schlösing-Grandeau, oder nach der Reduktionsmethode (S. 425) bestimmt.

Der Chilesalpeter unterliegt zuweilen einer Verfälschung mit Soda, mit Kochsalz, mit schwefelsaurem Magnesium oder Bittersalz, schwefelsaurem Natrium oder Glaubersalz und mit sog. Abraumsalzen; man hat deshalb die wässerige Lösung des Salzes auf diese Substanzen zu prüfen. Eine Verfälschung mit Soda verrät sich durch Aufbrausen nach Zusatz einer Säure, mit Kochsalz durch eine starke Reaktion mit Silberlösung nach Zusatz von Salpetersäure. Die schwefelsauren Salze geben sich durch Entstehung eines starken weißen Niederschlages nach Hinzufügung von Salzsäure und Chlorbaryumlösung zu erkennen, die Magnesiumsalze zeigen den bekannten Niederschlag von phosphorsaurem Ammonmagnesium nach Zusatz von Ammoniak und Natriumphosphat.

A. Bestimmung des Stickstoffgehaltes.

a) Methode nach Schlösing.

Von dem gut gemischten Salpeter wägt man 33,0 g auf dem Tarierglase ab und spült dieselben unter Benutzung eines weithalsigen Trichters in einen 500-ccm-Kolben. Man löst durch Umschwenken, füllt mit Wasser bis zur Marke und mischt. Eine Filtration ist nicht erforderlich. 5,0 ccm der Lösung werden genau nach den Vorschriften S. 421 u. f. unter Vergleich mit der „Normal-Salpeterlösung“ im Apparat Fig. 134 zersetzt. Die Berechnung und ein Beispiel finden sich daselbst angegeben.

Der Stickstoffgehalt einer guten Ware beträgt 15 bis 16 Proz.; soll, was selten erforderlich, die Angabe in Prozenten von salpetersaurem Natrium geschehen, so hat man den für Stickstoff gefundenen Prozentbetrag mit dem Faktor 6,0677 zu multiplizieren.

---

[1]) Schädigungen durch Chilesalpeter mit einem Gehalt von $^1/_2$ bis 1 Proz. Perchlorat sind vielfach beobachtet worden. Eine Ware mit derartigem Gehalt ist als gefährlich zu bezeichnen und sollte zurückgewiesen werden. (Landwirtsch. Versuchsstationen **54**, 51; **56**, 33.)

b). Reduktionsmethode.

Man löst 20,0 g Salpeter in einem Literkolben auf, verdünnt mit Wasser bis zur Marke, mischt und pipettiert 25 ccm dieser Lösung — deren vorheriges Filtrieren auch hier nicht erforderlich ist — in den Kolben *A* des Apparates Nr. 133, S. 417, und verfährt genau nach den Vorschriften unter b), S. 425, nach Zusatz von 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und 5 g Eisenpulver (Ferrum hydrogenio reductum). Das Abdestillieren des durch die Reduktion der Salpetersäure entstandenen Ammoniaks erfolgt dann, wie auf S. 418 beschrieben. Nach Beendigung der Destillation löst man die Verbindung *d*, spült *b* sorgfältig in *C* aus, läßt erkalten und titriert, wie S. 419 angegeben.

Beispiel. 25 ccm Lösung = 0,5 g Salpeter sind zersetzt. Bei der Titration wurden 75,3 ccm Ätzbarytlauge gebraucht, welche, da 1,0 ccm derselben nach S. 419 0,002664 g Stickstoff anzeigt, 75,3 × 0,002664 = 0,20059 g Stickstoff entsprechen. Die Vorlage *C* enthielt 20,0 ccm Normalschwefelsäure.

Da 20,0 ccm	Normalschwefelsäure	=	0,28020 g Stickstoff
und 71,5 „	Ätzbarytlauge	=	0,20059 „ „
entsprechen, so bleiben als Rest			0,07971 g Stickstoff,

welche aus 0,5 g Salpeter entstanden und in Form von Ammoniak abdestilliert worden sind.

$$0{,}5 : 0{,}07971 = 100 : x,$$
$$x = \mathbf{15{,}94} \text{ Proz. Stickstoff.}$$

Durch Multiplikation dieser Zahl mit dem Faktor 6,0677 erhält man auch hier den entsprechenden Prozentgehalt an salpetersaurem Natrium:

$$15{,}94 \times 6{,}0677 = 96{,}72 \text{ Proz.}$$

Bei Mischungen von reinen (stickstofffreien) Superphosphaten mit Chilesalpeter ist zur Bestimmung des Stickstoffs unter Anwendung der vorstehenden Methode eine dem Gehalt an Salpeter entsprechende größere Menge, wie oben, zur Zersetzung zu bringen. Ein Gehalt von 4 Proz. Salpeterstickstoff in solchen Mischungen entspricht einem Gehalt von etwa 25 Proz. Salpeter in der Mischung, 8 Proz. Stickstoff einem solchen von 50 Proz. Salpeter. Man würde demnach im ersteren Falle 100 ccm des herzustellenden Filtrats (20 g : 1000 ccm), im zweiten 50 ccm derselben anwenden müssen, um in beiden Fällen etwa 0,5 g Salpeter in Ammoniak umzusetzen und zur Titration zu erhalten.

B. Bestimmung der Feuchtigkeit.

5,0 g Chilesalpeter werden bei 110° C zwei Stunden lang getrocknet. Der Gewichtsverlust ist Wasser.

C. Bestimmung des Gehaltes an organischen Verunreinigungen, sowie an Sand und Ton.

20,0 g Salpeter werden in einer Schale oder einem Becherglase in 300 bis 400 ccm heißem Wasser gelöst. Den unlöslichen Rückstand sammelt man auf einem gewogenen Filter, wäscht mit heißem Wasser aus, trocknet und wägt. Das Mehrgewicht ist gleich der Summe der oben genannten Stoffe. Man findet in guter Ware 0,1 bis 0,2 Proz.

Das Filtrat wird in einem Literkolben nach dem Erkalten auf 1000 ccm Volumen gebracht, gemischt und, wenn erforderlich, zu den Untersuchungen unter D und E verwendet.

D. Bestimmung des schwefelsauren Calciums.

In 200,0 ccm des Filtrats (= 4,0 g Substanz) wird nach Zusatz von etwas Salzsäure die etwa vorhandene Schwefelsäure durch Chlorbaryum (S. 387) als schwefelsaures Baryum gefällt. Man läßt mindestens 12 Stunden stehen, da sich ein etwaiger Niederschlag sehr langsam ausscheidet und behandelt ihn weiter, wie dort angegeben. Durch Multiplikation der demnächst erhaltenen Zahl mit dem Faktor 0,5833 findet man die ihr entsprechende Menge schwefelsauren Calciums.

E. Bestimmung des Chlornatriums.

200,0 ccm des Filtrats (= 4,0 g Substanz) titriert man nach S. 305 mit zehntelnormaler Silberlösung und erhält durch Multiplikation der Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter mit der Zahl 0,00585 die in 4,0 g Substanz enthaltene Menge Chlornatrium.

F. Bestimmung des Perchlorats.

Man übergießt 50 g Salpeter in einem Viertelliterkolben mit Wasser, löst, füllt bis zur Marke auf, mischt und filtriert. In 25 ccm dieses Filtrats, = 5,0 g Salpeter, wird zunächst, wie unter E angegeben, durch Titration mit zehntelnormaler Silberlösung das Chlor des vorhandenen Natriumchlorids bestimmt. 1,0 ccm Silberlösung entspricht 0,003546 g Chlor.

Zu weiteren 25 ccm desselben Filtrats fügt man in einer großen Platinschale 2 bis 3 g trockenes kohlensaures Natrium, verdampft auf dem Wasserbade zur Trockne und glüht den Rückstand unter Bedeckung der Schale mit einem Platinblech zwei Stunden lang bei dunkler Rotglut. Das vorhandene Perchlorat und Chlorat verlieren bei dieser Behandlung ihren Sauerstoff und gehen in Chlorid über[1]).

[1]) Eine gesonderte Bestimmung von Perchlorat und Chlorat ist sehr umständlich und insofern zwecklos, da beide Salze für die Kulturgewächse gleich giftig sind. Man pflegt den Chlorgehalt beider Stoffe auf Perchlorat allein zu berechnen und dementsprechend in den Untersuchungsattesten nur als „Perchlorat" anzugeben.

Nach dem Erkalten weicht man den Glührückstand mit heißem Wasser auf, bringt die Lösung unter sorgfältigem Abspülen des Platinblechs und der Schale verlustlos in ein größeres Becherglas, setzt Salpetersäure zu, bis kein Aufbrausen mehr erfolgt, und stumpft den Überschuß dieser Säure durch einen geringen Zusatz von Ammoniak ab, bis ein hineingeworfenes Stückchen rotes Lackmuspapier deutlich blau bleibt.

Die Lösung wird nunmehr auf ein kleines Volum eingedampft, damit das überschüssige Ammoniak entweicht, und nach Zusatz von etwas gelber Kaliumchromatlösung in bekannter Weise mit zehntelnormaler Silberlösung titriert. Man erhält auf diese Weise die Gesamtmenge des als Chlorid, Chlorat und Perchlorat in 5,0 g Salpeter vorhanden gewesenen Chlors, bringt davon die für Chlorid nach E bestimmte Menge in Abzug, und erhält als Rest denjenigen Anteil Chlor, welcher in Form von Chlorat und Perchlorat enthalten war.

Durch Multiplikation dieser Zahl mit dem Faktor 3,9075 ergibt sich die ihr entsprechende Menge Kaliumperchlorat.

Beispiel. 25,0 ccm des obigen Filtrats, = 5,0 g Salpeter, gebrauchten bei der Titration 20,0 ccm zehntelnormale Silberlösung, welche

$$20{,}0 \times 0{,}003546 = 0{,}070920 \text{ g Chlor oder}$$
$$0{,}14184 \text{ Proz. Chlor (als Chlorid vorhanden)}$$

entsprechen.

Die Schmelze, welche dieselbe Menge Salpeter enthielt, gebrauchte 25,2 ccm Silberlösung, welche

$$25{,}2 \times 0{,}003546 = 0{,}08714 \text{ g oder}$$
$$0{,}17942 \text{ Proz. Gesamtchlor}$$

anzeigen.

Es verbleibt mithin ein Mehrgehalt von

$$\begin{array}{r} 0{,}17942 \\ -\ 0{,}14184 \\ \hline = 0{,}03758 \end{array} \text{ Proz. Chlor,}$$

welcher, auf Perchlorat berechnet:

$$0{,}03758 \times 3{,}9075 = 0{,}13279 \text{ oder}$$
$$\mathbf{0{,}15} \text{ Proz. Perchlorat}$$

ergibt.

B. Norge-Salpeter (Kalksalpeter).

Der Kalksalpeter wird nach dem Verfahren von Birkeland und Eyde derart gewonnen, daß man durch die starke Hitze elektrischer Lichtbogen von sehr großer Oberfläche den Stickstoff der atmosphärischen Luft zu Salpetersäure oxydiert und diese dann an Kalk bindet. Der so erzeugte salpetersaure Kalk wird geschmolzen und kommt als ein grauweißer, feinkörniger Grieß, nach seinem hauptsächlichsten Herstellungslande Norwegen (norwegisch „Norge") auch Norge-Salpeter genannt, in den Handel.

Sein Stickstoffgehalt beträgt etwa 13 Proz., seine Wirkung ist der des Chilesalpeters gleich, dem er unter Umständen, auf kalkarmen Böden, seines hohen, fast die Hälfte des Gewichts betragenden Kalkgehaltes halber vorzuziehen ist. Er ist sehr wasseranziehend und bedarf bei Aufbewahrung eines guten Abschlusses gegen Feuchtigkeit.

Die chemische Untersuchung berücksichtigt nur den Stickstoffgehalt, der genau wie beim Chilesalpeter unter A bestimmt wird.

Bei der Anwendung der Methode Schlösing-Grandeau sind zur Herstellung der „Normallösung" 35,0 g eines wasserfreien (bei niederer Temperatur geschmolzenen), chemisch reinen, salpetersauren Kalks [$Ca(NO_3)_2$] zu 500 ccm Flüssigkeit zu lösen. 5 ccm derselben liefern etwa 98 bis 99 ccm Stickstoffoxydgas. Dementsprechend löst man auch von dem Norge-Salpeter 35,0 g zu 500 ccm und verwendet 5 ccm des Filtrats zur Zersetzung. Man erhält 74 bis 76 ccm Gas.

Bei der Bestimmung des Stickstoffgehaltes nach Ulsch folgt man in jeder Beziehung den Vorschriften unter A b).

8. Schwefelsaures Ammonium.

Das schwefelsaure Ammonium oder schwefelsaure Ammoniak, $(NH_4)_2SO_4$, wird als Nebenprodukt bei der Fabrikation von Leuchtgas gewonnen. Bei der trockenen Destillation der Steinkohlen, die bis 1 Proz. Stickstoff enthalten, geht letzterer in Form von Ammoniak in das Gaswasser über, wird daraus durch Kalkzusatz abdestilliert und in verdünnter Schwefelsäure aufgefangen. Beim Eindampfen dieser Lösung scheidet sich das Salz aus und kommt in Form eines groben, mehr oder weniger gereinigten Kristallpulvers in den Handel. Es wird, fast immer mit Superphosphaten gemischt, als wertvoller Stickstoffdünger vielfach angewendet.

Man bestimmt darin die Feuchtigkeit in üblicher Weise durch Trocknen bei 110° C, und den Stickstoffgehalt durch Destillation [I. C, S. 420], löst 20,0 g Salz in einem Literkolben auf, mißt nach dem Auffüllen zur Marke und gutem Mischen ohne weiteres Filtrieren 50,0 ccm (= 1,0 g Ammoniaksalz) ab und verfährt unter Vorlage von 20,0 ccm Normalschwefelsäure bei der Ausführung und der schließlichen Berechnung genau in der S. 418 u. f. angegebenen Weise.

Man gibt den Gehalt des untersuchten Ammoniaksalzes direkt in den gefundenen Stickstoffprozenten an, von welchen eine gute Ware etwa 20 Proz. enthält, oder man berechnet durch Multiplikation dieses Betrages mit dem Faktor 1,2158 die entsprechende Menge Ammoniak.

9. Kalisalze.

Mit Bezugnahme auf das, was über Kalidüngemittel im allgemeinen, über ihre Zusammensetzung und Untersuchung bereits auf S. 431 u. f. gesagt worden ist, bedarf es hier nur noch weniger Bemerkungen.

Da der Handelswert der oben genannten Substanzen ausschließlich durch die Menge des Kalis oder dessen Verbindungen bedingt wird, so genügt in fast allen Fällen bei Untersuchung der betreffenden Stoffe die alleinige Bestimmung des Kalis.

Man verwendet 10,0 g, bei kaliärmeren Substanzen 20,0 g der fein geriebenen und gut gemischten Probe und stellt daraus, nach Ausfällung der vorhandenen Schwefelsäure mittels Chlorbaryumlösung, und Entfernung des überschüssigen Chlorbaryums und der vorhandenen Kalk-, Magnesia- und Eisenverbindungen 1000 ccm Lösung dar. 50 ccm der ammonfreien Lösung werden in der oben beschriebenen Weise mit Platinlösung behandelt. In bezug auf die Ausführung der Untersuchung und die Berechnung der gefundenen Werte kann auf das S. 431 u. f. Gesagte und das daselbst angeführte Beispiel verwiesen werden.

10. Scheideschlamm (Preßschlamm).

Der bei der Scheidung mit Kalk und Saturation der Zuckersäfte mit Kohlensäure abfallende Schlamm besteht, abgesehen von einem beträchtlichen Wassergehalt, hauptsächlich aus gefälltem, äußerst fein zerteiltem, kohlensaurem Calcium. Unter Umständen enthält er von der Behandlung mit schwefliger Säure etwas schwefligsaures und schwefelsaures Calcium und daneben geringe Mengen Phosphorsäure und Kali, sowie die aus den Säften ausgeschiedenen stickstoffhaltigen Eiweißstoffe.

Der Schlamm ist somit ein wertvolles Düngemittel und seine diesbezügliche Untersuchung hat sich demgemäß auf die Bestimmung oben genannter Stoffe zu erstrecken. Die geringen Mengen von schwefel- und schwefligsauren Salzen bleiben unberücksichtigt.

Man trocknet zunächst eine größere, 100 bis 200 g betragende Durchschnittsprobe des frischen Schlammes vollständig aus und verwendet diese wasserfreie, leicht zu feinem Pulver zerreibliche Substanz zu allen Bestimmungen. Eine gleichzeitig angesetzte Feuchtigkeitsbestimmung ermöglicht demnächst die Umrechnung auf die frische, ungetrocknete Masse.

A. Bestimmung des Wassergehaltes.

10,0 g frischer Schlamm werden in Messingschälchen in üblicher Weise getrocknet.

B. Bestimmung des kohlensauren Calciums.

Dieselbe wird, unter Verwendung der getrockneten Substanz, wie bei der Untersuchung des Kalksteins S. 333 angegeben, mit dem Geißlerschen Apparate ausgeführt.

C. Bestimmung des Phosphorsäuregehaltes.

25,0 g der wasserfreien Substanz werden in einer Schale mit heißem Wasser angerührt und so lange mit Salpetersäure versetzt, bis kein Aufbrausen bei erneutem Zusatz mehr stattfindet. Die Lösung wird kurze Zeit erwärmt, nach dem Abkühlen verlustlos in einen 250-ccm-Kolben gespült, mit Wasser bis zur Marke verdünnt, gemischt und durch ein unbenäßtes Faltenfilter in ein trockenes Glas filtriert. In 100 ccm des Filtrats (= 10,0 g Substanz) fällt und bestimmt man die Phosphorsäure mit Molybdänlösung nach S. 430.

D. Bestimmung des Kaligehaltes.

100 g frischer Schlamm werden in einer Reibschale mit heißem Wasser angerieben und mit Hilfe eines Trichters ohne Verlust in einen Literkolben gespült. Man erhitzt den etwa zur Hälfte gefüllten Kolben auf dem kochenden Wasserbade zehn Minuten lang, läßt erkalten, füllt bis zur Marke, mischt und filtriert durch ein großes, trockenes Faltenfilter. Das Filtrat enthält die vorhandenen Kalisalze.

500 ccm des Filtrats = 50,0 g Schlamm [1]) werden unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure zunächst in einer größeren Porzellanschale auf etwa 50 ccm eingedampft; den Rest bringt man in einer Platinschale zur Trockne und entfernt die organischen Stoffe durch gelindes Glühen. Man löst in wenig heißem Wasser, fällt durch vorsichtigen Zusatz von Chlorbaryumlösung die vorhandene Schwefelsäure und trennt den erhaltenen Niederschlag durch Filtration von der Lösung.

Die letztere versetzt man nun in einem Becherglase heiß mit Ammoniak, mit kohlensaurem und etwas oxalsaurem Ammon, bis bei weiterem Zusatz der letztgenannten Lösung keine Fällung mehr eintritt, filtriert den entstandenen Niederschlag ab, wäscht ihn sorgfältig mit heißem Wasser aus und dampft das Filtrat samt den Waschwässern in einer Platinschale zur völligen Trockne. Man glüht mäßig, um die Ammonsalze zu verflüchtigen, nimmt den Rückstand mit wenig heißem Wasser auf und filtriert durch ein kleines Filter. Zu dem mit den Waschwässern in einer kleinen Porzellanschale vereinigten Filtrate fügt man etwas Platinchloridlösung und verfährt nach den Vorschriften auf S. 433 u. f. Die Menge des schließlich erhaltenen Kaliumplatinchlorids wird mittels eines gewogenen Filters bestimmt und durch Multiplikation mit dem Faktor 0,1938 auf Kali umgerechnet.

E. Bestimmung des Stickstoffgehaltes.

Man verfährt nach der Methode von Kjeldahl, S. 415, bringt in den Zersetzungskolben 5,0 g der wasserfreien Substanz, fügt so viel

[1]) Den verbleibenden unlöslichen Rückstand darf man unberücksichtigt lassen.

konzentrierte Schwefelsäure hinzu, bis die Masse flüssig bleibt, und erhitzt vorsichtig und so lange, bis der Kolbeninhalt farblos geworden, alle organische Substanz somit verbrannt ist.

Die Destillation erfolgt, wie unter A, S. 418 angegeben, unter Vorlage von 20 ccm Normal-Schwefelsäure. (Beispiel s. auf S. 419.)

Zur Abgabe der erhaltenen Zahlenwerte berechnet man, wie oben gesagt, die gefundenen Zahlen auf frischen, ungetrockneten Schlamm.

Beispiel. Die Untersuchung des wasserfreien Schlammes habe ergeben:

87,30 Proz. kohlensaures Calcium,
1,37 „ Phosphorsäure,
0,11 „ Kali,
0,25 „ Stickstoff,

die Wasserbestimmung im ungetrockneten Schlamm 44,9 Proz.,
so daß also an Trockensubstanz vorhanden sind . . 55,1 „
= 100,0 Proz.

Nach dem Ansatze:

$$100 : 87,3 = 55,1 : x,$$

erhält man $x = 48,10$ Proz. kohlensaures Calcium und nach gleichartiger Berechnung der übrigen Zahlen folgende Werte für den frischen Schlamm von 44,9 Proz. Wassergehalt:

48,10 Proz. kohlensaures Calcium,
0,75 „ Phosphorsäure,
0,06 „ Kali,
0,14 „ Stickstoff.

Gehalt der künstlichen Düngemittel an wertbestimmenden Stoffen.

Zur Beurteilung der durch die Analyse gewonnenen Zahlenwerte und zum Vergleich derselben mit dem Durchschnittsgehalt der gebräuchlichsten künstlichen Düngemittel lassen wir in der nachstehenden Tabelle XVI eine Zusammenstellung des Gehaltes derselben an wertbestimmenden Bestandteilen folgen.

Tabelle XVI.

Durchschnittsgehalt der wichtigeren künstlichen Düngemittel an wertbestimmenden Stoffen.

Bezeichnung des Düngemittels	Stickstoff Proz.	Kali Proz.	Phosphorsäure Proz.
Knochenmehl, gedämpft	3	—	22
„ entleimt	1	—	28
Hornmehl und Hornspäne	13,2	—	5,5
Fischguano	8,5	0,3	13,8
Fleischdüngemehl	5,8	0,3	17,4
Aufgeschlossener Peruguano	7	—	10,0
Roher Peruguano	7	3,3	14
Aufgeschlossenes Knochenmehl	2,6	0,1	17,6
Chilesalpeter	15,5	—	—
Norge-Salpeter	13,0	—	—
Schwefelsaures Ammoniak	20,5	—	—
Kalkstickstoff	20	—	—
Stickstoffkalk	20	—	—
Knochenkohle	—	—	21,0
Floridaphosphat	—	—	35,0
Algierphosphat	—	—	29,3
Thomasphosphatmehl	—	—	17,5, dav. 13,0 zitronensäurelöslich
Superphosphat aus Knochenkohle	0,3	—	17,0
„ „ Floridaphosphat	0,6	—	17,0
„ „ Algierphosphat	0,3	—	15,0
Präzipitiertes phosphorsaures Calcium	0,5	0,1	28 bis 35
Knochenasche	—	0,3	35,4
Blutmehl	11,8	0,7	1,2
Scheideschlamm, getrocknet	0,2	0,1	0,5
Rohe Kalisalze:			
Kainit	—	—	12,4
Carnallit	—	—	9,0
Sylvinit	—	—	12,4
Konzentrierte Salze (Fabrikate):			
Schwefels. Kali, garantiert zu	—	—	48 bis 53
Schwefels. Kalimagnesia, garant. zu	—	—	26 „ 28
Chlorkalium, garantiert zu	—	—	50 „ 58
Kalidüngesalz, garantiert zu	—	—	20 „ 40

XIV.

Zuckerrübensamen.

Die Frucht der Pflanzengattung Beta, Runkelrübe, zu welcher auch die durch sorgfältige und andauernde Kultur fortwährend verbesserte Zuckerrübe gehört, besteht bekanntlich aus größeren oder kleineren Fruchtständen oder Fruchtknäueln, deren jeder eine gewisse Anzahl Einzelfrüchte einschließt.

Die Mehrzahl dieser Knäuel — Rübensamen oder Rübenkerne genannt — enthalten drei solcher Einzelfrüchte, auch zwei, selten mehr oder weniger, welche als kleine, harte, braunschalige Körner in den Höhlungen des Knäuels eingebettet liegen und bei beginnendem Wachstum unter geeigneten Umständen ebenso viele Keime entwickeln, welche sämtlich zu selbständigen Rübenpflanzen auszuwachsen vermögen.

Ein Rübensamen wird also unter sonst gleichen Verhältnissen um so besser und zur Aussaat vorteilhafter sein, je mehr Keimpflanzen aus einer gegebenen Menge von Samenknäueln sich entwickeln. Gut ausgereifter, frischer Samen wird demnach allezeit den Vorzug verdienen; längere Aufbewahrung schwächt das Keimungsvermögen; unreife, vorzeitig geerntete Samen sind nicht entwickelungsfähig, aus überreifen Knäueln endlich sind die kleinen Samenkörner häufig bereits ausgefallen und verloren gegangen, die Fruchthöhlungen leer.

Die Wachstumsverhältnisse der Samenstaude bringen es mit sich, daß eine völlige Gleichartigkeit der sämtlichen Knäuel einer und derselben Staude nicht wohl erzielt werden kann; die unteren, zuerst abgeblühten Teile werden reifer und ausgebildeter sein, wie die zuletzt getriebenen, oberen Spitzen, und daher kommt es, daß selbst die besten Samensorten stets einen gewissen Prozentsatz von Knäueln enthalten, welche aus dem einen oder anderen Grunde gar keine Keime hervorbringen.

Mangelnde Sorgfalt und Reinlichkeit bei der Ernte und der handelsgemäßen Zubereitung des Samens belassen demselben häufig gewisse kleine Mengen anhaftender Schmutzteile, Erdklümpchen, Steinchen, fremde Samen, Stielstücke und dergleichen, welche das Gesamtgewicht in unzulässiger Weise vermehren; feucht geernteter oder in feuchten

Räumen gelagerter Samen kann einen Wassergehalt besitzen oder annehmen, welcher bisweilen weit über die annehmbaren Grenzen hinausgeht.

Aus allen diesen Gründen ist der Zuckerrübensamen Gegenstand eingehender Untersuchung. Es sind von maßgebenden Stellen im Laufe der Zeit gewisse „Normen" aufgestellt worden, welche die obenstehenden Verhältnisse berücksichtigen und beim reellen Handel zugrunde gelegt werden.

Der wichtigste Punkt ist die zu erwartende Menge von Keimen, also die Keimfähigkeit, ferner die Schnelligkeit, in welcher dieselben ausgetrieben werden oder die Keimungsenergie, sodann der Feuchtigkeitsgehalt und die Anzahl der nichtkeimfähigen Knäuel.

Dementsprechend enthalten die „Neuen Magdeburger Normen für den Zuckerrübensamenhandel" folgende Bestimmungen [1]):

„Der Rübensamen ist in guter und gesunder Beschaffenheit zu liefern und muß den folgenden Normen entsprechen:

1. 1 kg Rübensamen soll in 14 Tagen wenigstens 70000 Keime liefern;
2. hiervon müssen in sechs Tagen wenigstens 46000 Keime ausgetrieben sein;
3. von 100 Samenknäueln müssen mindestens 75 gekeimt haben;
4. der Wassergehalt ist bis 15 Proz. einschließlich normal; bis 17 Proz. einschließlich bleibt die Ware noch lieferbar; es ist jedoch bei über 15 Proz. bis 17 Proz. ein dem Gewichte des Wassers entsprechender Prozentsatz zu vergüten (die Einsendung von Rübensamenproben zur Untersuchung auf Wassergehalt muß in luftdicht schließenden Behältern erfolgen);
5. fremde Bestandteile sind bis 3 Proz. einschließlich gestattet; bis 5 Proz. einschließlich bleibt die Ware noch lieferbar; es ist aber bei über 3 Proz. bis 5 Proz. ein dem Gewichte der fremden Bestandteile entsprechender Prozentsatz zu vergüten;
6. die Verletzung auch nur einer der Normen von 1 bis 5 macht die Ware zu einer nicht lieferbaren."

Die „Wiener Normen für Zuckerrübensamen (Wien, Oktober 1907)" stellen folgende Bedingungen:

„I. Hinsichtlich des einzusendenden Saatgutmusters.

1. Die Probeziehung soll sehr sorgfältig und richtig erfolgen, d. h. die gezogene Saatgutprobe soll dem Durchschnittscharakter der Saatware entsprechen.

---

[1]) Bekanntmachung des Vereins der Deutschen Zuckerindustrie. Abteilung der Rohzuckerfabriken, vom 12. März 1901. („Deutsche Zuckerindustrie", Nr. 11, vom 15. Febr. 1901.)

2. Das Gewicht der einzusendenden Saatgutprobe hat ungefähr 250 g zu betragen, keinesfalls soll es aber unter 150 g herabgehen.

3. Die Verpackung der Saatgutprobe. Es empfiehlt sich, die Saatgutprobe zur Vermeidung einer Änderung ihres Wassergehaltes in luftdicht schließenden Gefäßen (Pulvergläsern, Glasflaschen, Blechbüchsen usw.) zu verpacken. Die Verpackung in gut schließenden Gefäßen erscheint in jenen Fällen unbedingt nötig, wo ein Urteil über den Wassergehalt des Rübensaatgutes gewünscht wird, da sonst eine Bestimmung des Wassergehaltes der Probe in der Regel wertlos ist.

II. Normalwerte für brauchbares Rübensaatgut.

1. Die Fremdbestandteile (Verunreinigungen exklusive der Abfallknäuel) sollen nicht mehr als 3 Proz. betragen.

2. Abfallknäuel dürfen bei Zucker und Futterrübensamen höchstens 2 Proz., bei Salatrüben höchstens 4 Proz. vorhanden sein.

3. Der Wassergehalt darf 15 Proz. nicht übersteigen.

4. Hinsichtlich der Keimfähigkeit soll ein Rübensaatgut je nach der Größe der Knäuel, d. i. der Anzahl der Knäuel pro Gramm, wenigstens die in Tabelle XVII, S. 459 aufgeführten Werte erreichen.

5. In betreff der bei dem Keimversuch konstatierten kranken Keime kann über eine Anzahl von 3 hinweggesehen werden.

III. Die Vergütung bei nicht garantiegemäßer Lieferung.

Bleibt der Untersuchungsbefund eines gelieferten Rübensaatgutes gegen die garantierten Werte zurück, so kann der Käufer vom Lieferanten entweder eine angemessene Vergütung des Minderwertes oder die kostenlose Zurücknahme der gelieferten Saatware verlangen. Sind die gefundenen Werte gleich oder höher als die oben für ein brauchbares Saatgut angegebenen Forderungen, so ist der Verkäufer grundsätzlich nur zur Leistung der Vergütung des Minderwertes verpflichtet, er hat jedoch dann, wenn die gelieferte Ware geringere Werte als die oben angeführten Normalwerte aufweist, entweder nach Verlangen des Käufers das gelieferte Saatgut kostenlos zurückzunehmen, oder, falls der Käufer von der Forderung der kostenlosen Zurücknahme der Lieferung Abstand nimmt, eine entsprechende Vergütung des Minderwertes zu leisten. Die Höhe der Vergütung ist, wie nachstehend an einem Beispiel gezeigt wird, zu berechnen.

Vergütungsberechnung. Wurden z. B. bei der Lieferung eines Rübensaatgutes die oben angeführten Normalwerte (II) garantiert und ergab die Untersuchung der gelieferten Ware (Zuckerrübensaat) folgende Werte: 6 Proz. Fremdbestandteile, 3 Proz. Abfallknäuel, Wassergehalt 17 Proz., bei einer Knäuelzahl von 55 Knäueln pro Gramm 34 gekeimte Knäuel nach 6 Tagen, 35 gekeimte Knäuel nach 12 Tagen, 69 Keime nach 6 Tagen, 83 Keime nach 12 Tagen, so stellt sich der Wert des gelieferten Saatgutes, wenn der Preis eines Meterzentners des garantierten Rübensamens $W = K\ 50$, — beträgt, wie folgt:

1. **Korrektion des garantierten Wertes W hinsichtlich der Fremdbestandteile:**

Geliefert 6 Proz., garantiert 3 Proz.

$$W_1 = \frac{W\,100 - 6}{100 - 3} = \frac{94}{97}\,50 = \text{K } 48{,}45.$$

2. **Korrektion des Wertes W_1 hinsichtlich der Abfallknäuel:**

Geliefert 3 Proz., garantiert 2 Proz.

$$W_2 = \frac{W_1\,(100 - 3)}{100 - 2} = \frac{97}{98}\,W_1 = \text{K } 47{,}96.$$

3. **Korrektion des Wertes W_2 hinsichtlich des Wassergehaltes:**

Geliefert 17 Proz., garantiert 15 Proz.

$$W_3 = \frac{W_2\,(100 - 17)}{100 - 15} = \frac{83}{85}\,W_2 = \text{K } 46{,}84.$$

4. **Korrektion des Wertes W_3 hinsichtlich der Keimfähigkeit:**

a) **Keimfähige Knäuel nach 6 Tagen.**

Geliefert 34, garantiert 37.

$$W_a = \frac{W_3 \,.\, 34}{37} = \text{K } 43{,}04.$$

b) **Keimfähige Knäuel nach 6 Tagen.**

Geliefert 35, garantiert 41.

$$W_b = \frac{W_3\,35}{41} = \frac{35}{41} \cdot W_3 = \text{K } 39{,}98.$$

c) **Keime nach 12 Tagen.**

Geliefert 69, garantiert 63.

$$W_c = \frac{W_3\,69}{63} = \text{K } 51{,}30.$$

d) **Keime nach 12 Tagen.**

Geliefert 83, garantiert 74.

$$W_d = \frac{83}{74}\,W_3 = \text{K } 52{,}54.$$

Demnach ist der korrigierte Wert von W_3 hinsichtlich der Keimfähigkeit:

$$W_4 = \frac{W_a + W_b + W_c + W_d}{4} = \frac{43{,}04 + 39{,}98 + 51{,}30 + 52{,}54}{4} = \text{K } 46{,}72.$$

Da nunmehr der garantierte Wert des Rübensaatgutes hinsichtlich aller Wertmomente korrigiert erscheint, ergibt sich als **wahrer Wert** der gelieferten Rübensaat $W_4 =$ K 46,72, d. h. gegenüber dem Werte des garantierten Saatgutes ein **Minderwert** von K 3,28, der demnach dem Käufer pro Meterzentner Saatgut zu vergüten wäre.

IV. Analysenspielräume.

Ergeben sich gegenüber den garantierten Werten Minderwerte, so ist die Ware auch in dem Falle als nicht garantiegemäß zu be-

Tabelle XVII.

Anzahl der Keime und keimfähigen Knäuel pro 1 g[1]) für jede dazugehörige Knäuelgröße (Knäuelzahl pro Gramm).

Knäuelzahl pro Gramm	Keimfähige Knäuel nach		Keime (Pflanzen) nach		Knäuelzahl pro Gramm	Keimfähige Knäuel nach		Keime (Pflanzen) nach		Knäuelzahl pro Gramm	Keimfähige Knäuel nach		Keime (Pflanzen) nach	
	6	12	6	12		6	12	6	12		6	12	6	12
	Tagen		Tagen			Tagen		Tagen			Tagen		Tagen	
110	69	76	88	104	80	51	57	75	88	50	34	38	61	72
109	68	76	88	103	79	51	56	74	87	49	33	37	61	71
108	68	75	87	102	78	50	56	74	87	48	33	36	60	71
107	67	75	87	102	77	50	55	73	86	47	32	36	60	70
106	67	74	86	101	76	49	55	73	86	46	32	35	59	70
105	66	73	86	101	75	48	54	72	85	45	31	34	59	69
104	65	73	85	100	74	48	53	72	84	44	30	34	58	68
103	65	72	85	100	73	47	53	71	84	43	30	33	58	68
102	64	71	84	99	72	47	52	71	83	42	29	33	57	68
101	64	71	84	99	71	46	51	70	83	41	29	32	57	67
100	63	70	83	98	70	46	51	70	82	40	28	31	57	67
99	62	69	83	98	69	45	50	70	82	39	28	31	56	66
98	62	69	83	97	68	44	49	69	81	38	27	30	56	65
97	61	68	82	97	67	44	49	69	81	37	26	29	55	65
96	61	67	82	96	66	43	48	68	80	36	26	29	55	64
95	60	67	81	96	65	43	47	68	80	35	25	28	54	64
94	60	66	81	95	64	42	47	67	79	34	25	27	54	63
93	59	66	80	94	63	41	46	67	79	33	24	27	53	63
92	58	65	80	94	62	41	45	66	78	32	23	26	53	62
91	58	64	79	93	61	40	45	66	78	31	23	25	52	62
90	57	64	79	93	60	40	44	66	77	30	22	25	52	61
89	57	63	78	92	59	39	44	65	77	29	22	24	52	61
88	56	62	78	92	58	39	43	65	76	28	21	23	51	60
87	55	61	78	91	57	38	42	64	75	27	21	23	51	60
86	55	60	77	91	56	37	42	64	75	26	20	22	50	59
85	54	60	77	90	55	37	41	63	74	25	19	22	50	59
84	54	59	76	90	54	36	40	63	74	24	19	21	49	58
83	53	59	76	89	53	36	40	62	73	23	18	20	49	58
82	58	58	75	89	52	35	39	62	73	22	18	20	48	57
81	52	58	75	88	51	35	38	61	72	21	17	19	48	57
80	51	57	75	88	50	34	38	61	72	20	16	18	48	56

[1]) Die bisher für die Keimfähigkeit übliche Angabe der Keime von 100 Knäuel läßt sich aus den obigen Werten leicht durch Rechnung finden nach der Formel:

100 × Keimzahl pro Gramm, dividiert durch die Knäuelzahl pro Gramm.

trachten, wenn diese Minderwerte innerhalb der gestatteten Analysenspielräume fallen, d. h. es ist im Falle einer Vergütung für diese Minderwerte in ihrem vollen Betrage Ersatz zu leisten. Die im nachstehenden angeführten Analysenspielräume zeigen bloß an, innerhalb welcher Grenzen die Endergebnisse mehrerer Rübensamenuntersuchungen ein und derselben Ware infolge der unvermeidlichen Versuchsfehler schwanken können, d. h. wenn die Endergebnisse zweier Untersuchungen ein und derselben Ware um nicht mehr als die Analysenspielräume abweichen, so sind beide Resultate als richtig anzuerkennen und bei einer eventuellen Vergütungsberechnung die arithmetischen Mittel aus den zusammengehörigen Zahlenwerten zugrunde zu legen.

Die Analysenspielräume betragen:

1. Bei den Fremdbestandteilen bei einem Resultat bis zu
   3 Proz. 1 Proz.
   in den übrigen Fällen . . . . 2 „
2. Bei den Abfallknäueln bei einem Analysenresultat bis zu
   3 Proz. 1 „
   sonst . . . . 2 „
3. Beim Wassergehalt . . . . 1 „

4. Bei der Keimfähigkeit und Knäuelzahl“:

Gefundene Anzahl der Knäuel pro Gramm	Gestattete Abweichung pro Gramm bei der Knäuelzahl	Anzahl der gekeimten Knäuel	Anzahl der Keime
Weniger als 20	1	2	6
20 bis 39	2	3	7
40 „ 59	2	4	8
60 „ 79	3	5	9
80 „ 99	3	6	10
100 und mehr . . .	4	7	11

A. Bestimmung der Keimfähigkeit.

Man ermittelt die Keimfähigkeit des Rübensamens, indem man eine gewisse Anzahl von Samenknäueln zum Keimen bringt und die entwickelten Keime zählt. Jeder Keimversuch ist doppelt oder dreifach auszuführen und aus den Ergebnissen das Mittel zu berechnen.

Das sog. Keimbett, die den Samen zu gebende Unterlage, muß reinlich und übersichtlich sein, einerseits die erforderliche Feuchtigkeit halten, andererseits einen ungehinderten Luftzutritt und die notwendige Wärmezufuhr ermöglichen lassen.

Man benutzt, wo besondere Vorrichtungen für diesen Zweck fehlen, zweckmäßig als Keimbett viereckige Kästen von starkem Zinkblech

von 36 cm Länge und Breite und 6 cm Höhe, welche mittels eines übergreifenden Randes in einen zweiten, etwas größeren und tieferen Kasten eingehängt werden können.

Der Boden des ersteren, des Einsatzkastens, ist sehr fein siebartig durchlöchert und wird mit einer 2,5 cm hohen Schicht ausgeglühten groben Quarzsandes gleichmäßig bedeckt, der untere Kasten dagegen erhält so viel Wasser, daß dasselbe nach dem Einhängen des oberen Gefäßes den Boden des letzteren eben berührt und dem darin befindlichen Sande also stets Gelegenheit bietet, so viel Wasser aufzusaugen, daß er, ohne „naß" zu sein, auf allen Punkten eine mäßige Durchfeuchtung zeigt und eine solche sich bewahren kann.

Der Feuchtigkeitsgehalt darf etwa 60 Proz. der wasserhaltenden Kraft des Sandes betragen; eine zu große Feuchtigkeit ist unter allen Umständen zu vermeiden.

In den Sand eingesteckte Glasstreifen von 3 cm Höhe teilen die Sandfläche in sechs gleich große Abteilungen, von denen je zwei zusammengehören und mit Ia, Ib, IIa, IIb usw. bezeichnet sind. In der Mitte befindet sich, in den Sand halb eingedrückt, ein kurzes Glasthermometer zur Beobachtung der Temperatur des Keimbettes. Dieselbe ist während der Dauer des Versuchs auf 20° C zu halten, doch ist eine täglich sechsstündige Erhöhung der Keimbettwärme auf 30° C erforderlich[1]). Die ganze Vorrichtung wird so aufgestellt, das mittels einer sehr kleinen Flamme eine gleichmäßige Erwärmung des im unteren Kasten befindlichen Wassers und damit des Keimbettes ermöglicht ist.

Von dem zu prüfenden Samen schüttet man eine größere Menge auf einen Bogen Papier und zählt, indem man selbstverständlich ohne jede Auswahl vorgeht, zwei- oder dreimal je 100 Knäuel ab. Es ist dabei sorgfältigst zu beachten, daß unter der abgezählten Menge die Zahl der großen, mittleren und kleineren Körner, sowie des verschiedenen Reifegrades in annähernd demselben Verhältnis vertreten sind, wie in der zur Untersuchung genommenen Gesamtprobe. Man bestimmt alsdann das Gesamtgewicht jeder einzelnen Partie auf einer genauen Wage, bringt sie in flache Porzellanschälchen, übergießt mit Wasser und läßt fünf Stunden lang anquellen. (Dieser Zeitraum ist in die Dauer der Keimkraftsprüfung einzurechnen.) Mit Hilfe einer Pinzette legt man die gequellten Samen alsdann, wie die nachstehende Zeichnung angibt, in regelmäßiger Anordnung, welche die Richtigkeit ihrer Anzahl leicht zu prüfen gestattet, unter schwachem Andrücken derart auf das befeuchtete Keimbett, daß die Abteilungen Ia, IIa und IIIa (Fig. 139) je 100 Knäuel erhalten.

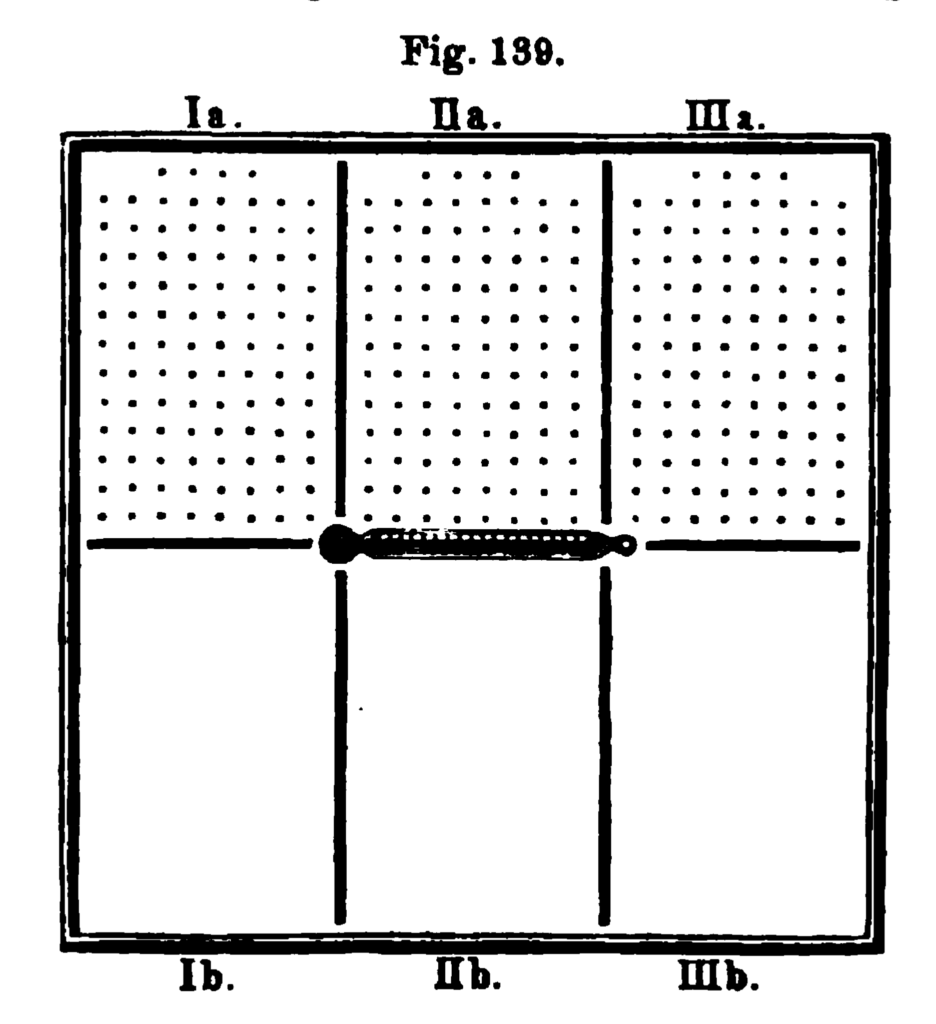
Jede Abteilung wird mit einer gleichmäßig aufliegenden Platte aus dünnem Fensterglase bedeckt. Ohne diese Belastung würden die Knäuel

[1]) Nach den „Technischen Vorschriften des Verbandes landwirtschaftlicher Versuchsstationen im Deutschen Reiche für die Samenprüfungen". Landwirtschaftliche Versuchsstationen **54**, 91.

durch die sich entwickelnden Keime sehr bald über den Sand emporgehoben werden und dem Vertrocknen anheimfallen.

Man setzt dann den so beschickten Kasten in das dazu gehörige Wassergefäß ein, bedeckt ihn mit einer lose aufliegenden, von zwei starken Glasstäben getragenen, dünnen Filzplatte, so daß die Wärmeausstrahlung erschwert, die Belichtung ausgeschlossen, der Zutritt der Luft aber ungehindert ist, und regelt die Temperatur, wie oben angegeben. Die Gesamtdauer des Keimversuchs ist, den „Magdeburger Normen" entsprechend, auf 14 Tage, nach den „Wiener Normen" auf 12 Tage, vom Einquellen des Samens an gerechnet, bemessen.

Fig. 139.



Nach einigen Tagen beginnt das Hervortreten der weißen Keimspitzen; sobald die einzelnen Keime eine Länge von 1 bis 1,5 cm erreicht haben, nimmt man die betreffenden Knäuel mittels der Pinzette heraus, entfernt durch vorsichtiges, langsames Ziehen den ganzen, verhältnismäßig lose sitzenden Keim aus der Fruchthöhle und überträgt den Knäuel in die entsprechende, bisher leere Nebenabteilung, also von Ia nach Ib, von IIa nach IIb usw., während diejenigen Knäuel, welche noch nicht keimten, oder deren Keime zum Abnehmen noch zu klein, ruhig auf ihren bisherigen Plätzen belassen werden.

Die Anzahl der abgenommenen Keime wird für jede Abteilung gesondert angemerkt, und nach Ablauf von sechs Tagen die Gesamtzahl der in jeder Abteilung, also von 100 Knäueln ausgetriebenen Keime festgestellt.

Man fährt in dieser Weise unter täglicher regelmäßiger Beobachtung der ausgelegten Samen fort, bis die oben angegebene Zeit verstrichen ist und in den mit a bezeichneten Abteilungen endlich nur noch diejenigen Knäuel zurückgeblieben sind, welche sich als keimungsunfähig zeigen.

Ihre Anzahl in jeder Abteilung ist, wie leicht ersichtlich, gleich dem Prozentgehalt des Samens an ungekeimten Knäueln. Man zählt alsdann nach den niedergeschriebenen Beobachtungen die in jeder Abteilung getriebenen Keime zusammen und beendet damit den Versuch.

Eine im Laufe der Zeit etwa auftretende geringe Schimmelbildung an einzelnen Knäueln beeinträchtigt die Keimung nicht. Es pflegen

zumeist nur diejenigen Knäuel Schimmelpilze zu zeigen, welche an sich schon verdorben und überhaupt keimungsunfähig waren.

Beispiel. Im Mittel von drei gleichzeitig angesetzten Bestimmungen wurde zunächst das Gewicht von je 100 zur Keimung bestimmten Knäueln = 2,053 g gefunden; auf dem Keimbett zählte man dann im Mittel der drei Versuche nach den ersten sechs Tagen = 106 Keime, nach Ablauf von 14 Tagen zusammen 153 Keime.

Es berechnen sich somit für 1000 g (1 kg) nach dem Ansatze:

$$2{,}053 : 153 = 1000 : x, \qquad x = 74525 \text{ Keime},$$

welche im Zeitraum von 14 Tagen, und nach dem Ansatze:

$$2{,}053 : 106 = 1000 : x, \qquad x = 51632 \text{ Keime},$$

welche innerhalb der ersten sechs Tage ausgetrieben waren.

In den drei ersten Abteilungen des Keimbettes blieben im Mittel der Versuche 16 Knäuel, also ebensoviel Prozente, ungekeimt zurück, so daß 84 Proz. Knäuel gekeimt hatten.

B. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes.

In ein Messingschälchen (Fig. 59 oder 60, S. 135) oder ein Filtertrockenglas (Fig. 104, S. 254) wägt man 10 bis 15 g frischen Rübensamen und trocknet mindestens 12 bis 14 Stunden lang bei 95 bis 100° C im Lufttrockenschranke, bis nach einem der ersten Wägung folgenden nochmaligen zweistündigen Trocknen das Gewicht sich ungeändert zeigte. Den Gewichtsverlust berechnet man als Wasser in üblicher Weise auf Prozente.

C. Bestimmung der fremden Bestandteile.

In einem Becherglase wägt man eine größere Menge Samen, etwa 100 g, ab, schüttet denselben auf einen Bogen Papier und liest die obengedachten Verunreinigungen sorgfältig aus. Sie werden in einem vorher tarierten Porzellanschälchen gesammelt und gewogen; den Gewichtsbetrag rechnet man ebenfalls auf Prozente um.

Die Abgabe der Untersuchungsergebnisse würde, unter Heranziehung der im obenstehenden Beispiele gegebenen Zahlen, etwa in nachstehender Weise zusammenzustellen sein:

„Zuckerrübensamen:

1 kg Rübensamen lieferte innerhalb 14 Tagen
im Mittel von drei Versuchen . . . . . 74 525 Keime,
wovon innerhalb der ersten sechs Tage ausgetrieben waren . . . . 51 632 „
von 100 Samenknäueln keimten . . . . . . 84 Knäuel.

Feuchtigkeit . . . . 13,8 Proz.,
Fremde Bestandteile . . . . . . 1,2 „

Der Rübensamen war von gesundem Aussehen, sowie von reinem und frischem Geruch."

Man verzichtet zuweilen auf einen so eingehenden Bericht und beschränkt sich auf die Ermittelung, wieviel Keime von 100 Knäueln und wieviel Keime von 1,0 g Samen zu erzielen sind.

Unter Fortfall der anderweitigen Bestimmungen sind dann nur die unter A aufgeführten Arbeiten erforderlich. Unter Bezugnahme auf die vorstehenden Zahlen würde in solchem Falle das Untersuchungsergebnis lauten:

Es lieferten innerhalb 14 Tagen im Mittel von drei Versuchen:

100 Stück Knäuel . . . . . = 153 Keime,
1,0 g Knäuel . . . . = 74 "

XV.

Melassefutter.

Die bei der Rübenzuckerfabrikation abfallende Melasse ist schon wiederholt in früheren Jahren als Futtermittel herangezogen und namentlich zur Zeit niedriger Zuckerpreise teils verdünnt in unvermischtem Zustande, teils mit anderen Stoffen gemischt als solches verwendet worden.

Eine dauernde Benutzung der Melasse zu diesem Zwecke hatte indessen nicht Platz zu greifen vermocht.

Erst nachdem infolge der Wahl geeigneter Zusätze und durch zweckmäßigere Behandlung der Melasse, namentlich durch Erwärmung derselben bei der Bearbeitung und durch geeignete Mischvorrichtungen die Übelstände beseitigt worden sind, welche einer ausgedehnteren Anwendung von Melassefutter früher im Wege standen, hat sich die Herstellung und der Verbrauch von Melassefuttermitteln in großem Maßstabe eingeführt.

Man verwendet als Zusätze, als sogenannte Melasseträger, aufnahmefähige Kraftfuttermittel, Baumwollensaatmehl, Mehl von Palmkern-, Erdnuß- und Kokosnußkuchen, ferner Mais- und Malzkeime, getrocknete Brennerei- und Biertreber, ebenso Kleien, Futtermehle gemahlenes Stroh u. dgl., sowie getrocknete Rübenschnitzel und bringt dieselben in geeigneten Mengenverhältnissen mit der auf 60 bis 70° C erwärmten Melasse mittels mechanischer Mischapparate zusammen. Auch Blutmehl, Voll-, Mager- und Buttermilch haben als weitere Zusätze Anwendung gefunden.

Bei Abmessung von 40 bis 60 Proz. Melasse und 60 bis 40 Proz. der genannten Melasseträger wird auf diese Weise in kurzer Zeit ein gleichmäßiges, trockenes und haltbares Gemisch von großem Nährwert hergestellt.

Wagner[1]) verwendete und empfahl zuerst an Stelle der erwähnten mehr oder weniger nahrhaften Melasseträger einen Zusatz von gemahlenem Fasertorf, welcher ebenfalls mechanisch mit heißer Melasse

Wagner, Zeitschrift 1895, II, S. 134.

vermischt wird und infolge seines starken Aufsaugungsvermögens bei richtig gewähltem Mengenverhältnis ein schnell trocknendes, versandfähiges, längere Zeit unverändert sich haltendes und vom Vieh gern angenommenes Futtermittel, das „Melassetorfmehlfutter", bildet.

Es wird jetzt dieses Melassefuttermittel fabrikmäßig in großem Maßstabe hergestellt. Man mischt gewöhnlich 25 Tle. Torfmehl mit 75 Tln. warmer Melasse zusammen.

Die früher häufig beobachtete schädliche Wirkung der in der Melasse reichlich vorhandenen Kalisalze auf den tierischen Organismus wird nach Wagner durch diesen Zusatz vermieden, indem „die in dem Torf enthaltenen organischen Säuren, besonders die Gerbsäure und die Humussäure, eine Neutralisation jener Kalisalze bewirken und sie in eine für den tierischen Organismus nicht schädliche Form überführen".

Die erwähnten Pflanzensäuren bewirken bei längerer Berührung mit dem Rohrzucker der Melasse dessen teilweise Inversion, was zwar für die Benutzung des Futters ohne Bedeutung, dagegen bei der Zuckerbestimmung selbstverständlich zu beachten und auch bei der Bestimmung der Feuchtigkeit nicht ohne Einfluß ist. Alkalisch reagierende Melassen widerstehen der Inversion [1]).

Man bestimmt in dem Melassefutter die Feuchtigkeit, den Gehalt an Zucker, an Fett — namentlich bei stattgehabter Verwendung ölhaltiger Melasseträger — und an Stickstoff. Der letztere ist in den Kraftfuttermitteln, in Stroh, Kleie und Schnitzeln usw. in Form von Proteinstoffen vorhanden, in der Melasse (bei etwa 1,5 bis 1,9 Proz. Gesamtstickstoff, mit etwa 0,12 Proz. Eiweißstickstoff) zumeist als sog. Amidosäuren (Glutamin- und Asparaginsäure), als Betain, Leucin, Tyrosin [2]), und in kleinerer Menge als Amide und Ammoniaksalze; der im Torf enthaltene Stickstoff, der 0,6 bis 3,0 Proz. der Trockensubstanz betragen kann, dürfte im wesentlichen als Ammoniak vorhanden sein, festgehalten durch die bedeutende Absorptionsfähigkeit des Torfes.

Die vielfach noch übliche Umrechnung des Gesamtstickstoffs des Melassefutters auf Proteinstoffe ist danach nicht berechtigt.

Eine genaue analytische Bestimmung der Menge der zu einem Melassefutter verwendeten Melasse ist nicht möglich, da letztere in ihrer Gesamtheit nicht wieder von dem mit ihr zusammengearbeiteten Aufsaugungsmaterial zu trennen ist. Im allgemeinen wird auch, wenigstens für die Zuckerfabriken, eine derartige Angabe entbehrlich sein. Wo sie gefordert wird, bedient man sich am einfachsten der unter D beschriebenen Methode von Schmöger.

---

[1]) Herzfeld, Zeitschrift 1902, S. 207.

[2]) Leucin und Tyrosin vermehren sich nach v. Lippmann im Betriebe der Zuckerfabrikation durch Umsetzung von Eiweißstoffen.

A. Bestimmung der Feuchtigkeit.

Man wägt 10,0 g in ein flaches Porzellanschälchen ab und trocknet bis zur Gewichtsbeständigkeit bei 105° C. Das völlige Austrocknen kann 10 bis 15 Stunden dauern. Der Gewichtsverlust wird als Wasser berechnet.

Bei Mischungen mit Kraftfuttermitteln wird man etwa 15 bis 20 Proz., bei solchen mit Torf bis 30 Proz. und mehr Wasser finden.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Man führt diese Bestimmung bei Abwesenheit oder zu vernachlässigenden Mengen von Invertzucker auf polarimetrischem Wege, bei Anwesenheit größerer Mengen von Invertzucker auf gewichtsanalytischem Wege aus. Nachdem die Restmelassen der mit Strontian arbeitenden Melasseentzuckerungsanstalten fast ganz vom Markte verschwunden sind, ist die Polarisationsmethode wieder zuverlässiger geworden, da eine Beeinflussung der Drehung durch die in jenen Restmelassen reichlich vorhanden gewesenen Raffinose bei der Untersuchung kaum mehr in Betracht zu ziehen ist.

Vorprüfung. Zur Entscheidung, welches Verfahren einzuschlagen ist, übergießt man 26 g Melassefutter in einem 200-ccm-Kolben mit etwa 150 ccm Wasser, bringt die Melasse durch Umschütteln in Lösung, setzt etwas Bleiessig zu, füllt zur Marke auf, mischt und filtriert. 25 ccm des Filtrats werden mit 50 ccm Fehlingscher Lösung aufgekocht und zwei bis drei Minuten im Kochen gehalten. Nach Zusatz von 100 ccm kaltem Wasser gießt man die Flüssigkeit auf ein Filter. Bleibt auf dem Filter kein Niederschlag von rotem Kupferoxydul oder zeigen sich nur Spuren davon, so ist die Polarisationsmethode anwendbar, anderenfalls die gewichtsanalytische Bestimmung des Gesamtzuckers geboten.

Mit Rücksicht auf die meist sehr ungleichmäßige Beschaffenheit der Melassefuttermittel vermeidet man die Verwendung kleiner Gewichtsbeträge bei der Untersuchung, und nimmt besser zur Erzielung richtiger Durchschnittswerte größere Mengen, wie sonst üblich, in Arbeit.

a) Polarisationsverfahren.

Man wendet hier am besten die Methode der doppelten Verdünnung an [1]), wägt auf dem Tarierblech zweimal je 32,5 g Melassefutter ab, spült mit kaltem Wasser und mit Hilfe eines Trichters den einen Betrag in einen 250-ccm-Kolben, den anderen in einen 500-ccm-Kolben und

[1]) Nach Woy, Zeitschrift für öffentliche Chemie 1900, S. 203.

bringt die Melasse durch Umschütteln in Lösung[1]). Man fügt dann Bleiessig hinzu, bis nach fernerem Zusatz keine Fällung mehr entsteht und einige, am Glase innen herabrinnende Tropfen keinen weißlichen Niederschlag mehr hervorrufen, füllt zur Marke auf, mischt gut durch, filtriert und polarisiert im 200-mm-Rohr.

Der stattgehabten Verdünnung wegen würden die am Polarisationsapparat abgelesenen Zahlen, im ersten Falle mit 2, im letzteren mit 4 multipliziert, ohne weiteres den Prozentgehalt an Zucker in beiden Lösungen ergeben, wenn nicht deren Volumen durch dasjenige des Melasseträgers erheblich beeinträchtigt wäre. Das letztere läßt sich aber bei dem eingeschlagenen Verfahren mit größter Genauigkeit berechnen und damit auch ebenso genau der wirkliche Zuckergehalt der abgewogenen Substanz.

Das Volumen x der unlöslichen Stoffe (einschließlich des Bleiessigniederschlages) findet man nach der Formel:

$$x = \frac{250 \times (a - 2b)}{a - b},$$

worin a die Polarisation des 250-ccm-Filtrats, b die des 500-ccm-Filtrats bedeutet. Die Polarisation P des Normalgewichts des untersuchten Melassefutters oder dessen Prozentgehalt an Zucker berechnet sich dann nach der weiteren Formel:

$$P = \frac{2a \times (250 - x)}{250}.$$

Beispiel. 32,5 g Melasse Torfmehlfutter mit Bleiessig und Wasser zu 250 ccm Volum aufgefüllt, ergeben eine Polarisation $(a) = 19{,}9$, dieselbe Menge auf 500 ccm Volum gebracht, eine solche (b) von 9,8.

$$x = \frac{250 \times (19{,}9 - 19{,}6)}{19{,}9 - 9{,}8} = \frac{250 \times 0{,}3}{10{,}1} = 7{,}42,$$

$$P = \frac{39{,}8 \times (250 - 7{,}42)}{250} = \frac{39{,}8 \times 242{,}57}{250} = 38{,}6.$$

Der Zuckergehalt des Melassefutters ist danach 38,6 Proz.

b) Gewichtsanalytische Bestimmung des Gesamtzuckergehaltes.

In einen mit gut durchlässigem Papierfilter versehenen Glastrichter bringt man 20,0 g Melassefutter und laugt durch vielfach wiederholtes Auftröpfeln von kaltem Wasser den darin enthaltenen Zucker vollständig aus. Die ablaufende Flüssigkeit fängt man in einem 500-ccm-Kolben auf und bringt auf das Filter immer erst neues Wasser, wenn das zuletzt aufgegebene abgetropft ist. Dabei sind die Filterränder

[1]) Das Verhältnis von 32,5 g zu 250 ccm und 500 ccm ist dasselbe wie 13 g (das halbe Normalgewicht) zu 100 ccm und 200 ccm.

sorgfältig auszuwaschen, das Filter selbst ist nicht wesentlich größer zu nehmen, als daß es die abgewogene Menge gerade faßt. Mit 400 ccm Wasser ist auf solche Weise der vorhandene Zucker sicher auszuziehen und in Lösung zu bringen.

Man klärt dann den Auszug mit Bleiessig, füllt bis zur Marke, mischt und filtriert.

200 ccm des Filtrats (= 8,0 g Melassefutter) werden mittels Pipette in einen 250-ccm-Kolben abgemessen und zur Ausfällung des überschüssig zugesetzten Bleisalzes mit Natriumkarbonatlösung bis zur Marke versetzt. Nach gutem Mischen wird filtriert. Man mißt dann 50 ccm des klaren Filtrats (= 1,6 g Melassefutter) in einen 200-ccm-Kolben ab, fügt 25 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure von 1,19 spez. Gew. hinzu und invertiert die Zuckerlösung genau nach der Vorschrift auf S. 105. Nach Abkühlen neutralisiert man mit 10 ccm einer Natronlauge, welche man vorher in einer Stärke herstellte, daß diese Menge die 5 ccm Salzsäure genau absättigt, läßt völlig erkalten, füllt bis zur Marke auf und mischt.

50 ccm dieser Flüssigkeit, die nunmehr noch 0,40 g Melassefutter entsprechen, dienen dann zur gewichtsanalytischen Zuckerbestimmung mittels Fehlingscher Lösung nach S. 111 u. f. Die gewogene Kupfermenge läßt aus der Tabelle XIX, S. 482 die ihr entsprechende Menge Invertzucker finden, deren Betrag, mit 0,95 multipliziert (S. 16), die entsprechende Menge Rohrzucker ergibt.

Beispiel. Bei der Schlußwägung sind 0,299 g Kupfer gefunden, welche nach der Tabelle, S. 484, 0,1632 g Invertzucker anzeigen, der aus 0,40 g Melassefutter erhalten war.

Das entspricht nach dem Ansatz:

$$0{,}40 : 0{,}1632\,g = 100 : x,$$
$$x = 40{,}8 \text{ Proz. Invertzucker}$$

oder $40{,}8 \times 0{,}95 = 38{,}76$ Proz. Gesamtzucker (als Rohrzucker ausgedrückt).

Eine gesonderte Bestimmung von Invertzucker neben Rohrzucker dürfte hier zwecklos sein, da der Futterwert der beiden Zuckerarten sicher der gleiche ist.

C. Bestimmung des Fettgehaltes.

Zu der Entfettung benutzt man Äther und zweckmäßig den in Fig. 140 abgebildeten Extraktionsapparat von Frühling[1]), von welchem I die Seitenansicht mit dem eingesetzten Gefäß E, II die Vorderansicht ohne dasselbe und III das letztere allein (in etwas größerem Maßstabe) zeigt. Der Apparat wird beim Gebrauch in gleicher Weise, wie aus

[1]) Zeitschrift f. angew. Chem. 1889, S. 242; 1900, S. 270.

Fig. 92, S. 242 ersichtlich, unten mittels eines Korkes mit einem den Äther aufnehmenden Kolben von etwa 200 ccm Fassungsraum, oben mit einem zur Wiederverdichtung der Ätherdämpfe bestimmten Kühler versehen, dessen unterer Teil *K* bei II noch sichtbar ist. Die Verbindung von *A* mit dem in einer Klemme feststehenden Kühler geschieht ohne Anwendung von Kork oder Einschliff — die beide an

Fig. 140.



dieser Stelle ihre Nachteile haben — durch Quecksilberverschluß. Zu diesem Zwecke kommt in den Ansatz *D* so viel Quecksilber — es genügt dazu eine geringe Menge —, daß der untere Rand von *K* eben in dasselbe eintaucht, wenn man den Apparat *A* in seinem Halter gegen den Kühler in die Höhe schiebt. *K* geht leicht in *D* hinein und schließt dann vollkommen ätherdicht ab. Der Einsatz *E* ist ein den bekannten Filtertrockengläsern in Form, Größe und geringem Gewicht nachgebildetes Glasgefäß mit trichterförmig vertieftem Boden, in welchen ein Heberröhrchen eingeschmolzen ist, dessen kürzerer, auf-

steigender Schenkel bis auf die tiefste Stelle des Bodens reicht, während der längere, absteigende Schenkel unterhalb des Bodens heraustritt. Das Heberrohr liegt dicht an der inneren Wandung an, so daß es den Innenraum nicht beengt und auch gegen Abbrechen gesichert ist. Die Wandung des Gefäßes setzt sich, wie ersichtlich, unterhalb des Bodens fort und bildet einen unten offenen Fuß, welcher dem Gefäße einen sicheren Stand — z. B. auf der Wage — vermittelt und gleichzeitig dem hervorstehenden Ende des Hebers als Schutz dient. Eine aus Filtrierpapier gefertigte, oben offene, unten geschlossene, ganz locker in *E* hineingehende (in der Figur nicht gezeichnete) Hülse dient zur Aufnahme des zu entfettenden Stoffes. Der aus dem Kolben verdampfende, durch *C* in den oberen Teil von *A* und in den Kühler gelangende Äther wird in diesem wieder verdichtet und tropft durch *k* in den Einsatz *E* und auf die darin enthaltene, zu entfettende Substanz. Sobald der Stand der Flüssigkeit in *E* die obere Biegung des Heberrohres überschreitet, fließt sie selbsttätig und vollständig vermöge der Wirkung des Hebers ab und durch *B* in den Kolben zurück. *H* ist ein Zweiweghahn. Während der Extraktion steht derselbe so, daß die Verbindung zwischen *A* und dem Kolben offen ist. Nach beendeter Extraktion verbindet man *a* mittels eines kurzen Gummischlauches mit einem längeren, dünnen Glasrohr, dreht den Hahn und läßt den gebrauchten Äther seitlich in ein entfernt stehendes Vorratsgefäß abfließen. Man kann den Hahn auch auf diese Weise zur Entnahme kleiner Proben des Äthers benutzen, um sich während der Arbeit, und ohne dieselbe unterbrechen zu müssen, über das Ende der Extraktion zu vergewissern.

Zur Ausführung der Fettbestimmung werden 25 g Melassefutter in einer leichten, dünnwandigen Porzellanschale abgewogen, drei Stunden lang bei etwa 80° C im Trockenschrank getrocknet und nach dem Erkalten und Wiederwägen auf einer kleinen Mühle, welche ein feines Pulver herzustellen gestattet, gemahlen [1]). 5,0 g dieses Pulvers bringt man auf ein kleines Filter und laugt durch allmähliches Auftröpfeln von kaltem Wasser den größten Teil des darin enthaltenen Zuckers aus. Man verwendet nicht mehr als etwa 100 ccm Wasser im ganzen und läßt erst jedesmal vollständig abtropfen, ehe man neues Wasser aufgibt [2]).

Den Rückstand samt dem Filter läßt man im Trockenschrank oberflächlich abtrocknen, überträgt beides vorsichtig in die oben erwähnte

---

[1]) Man benutzt eine eiserne Mühle, wie sie für die Zerkleinerung der Knochenkohle, S. 277, empfohlen wurde.

[2]) Steht eine Saugevorrichtung, eine Wasserluftpumpe (S. 115 u. 116) oder dergleichen zur Verfügung, so läßt sich das Auslaugen sehr beschleunigen, wenn man das Wasser absaugt. Das Filter ist in solchem Falle durch Einsetzen in einen kleinen Platinkonus vor dem Durchreißen zu schützen.

Papierhülse, diese in das Einsatzgefäß E (Fig. 140) und setzt letzteres nun so lange in den auf 95° C zu haltenden Trockenschrank, bis der Rest der Feuchtigkeit vollständig ausgetrieben ist. Ein Bausch Glaswolle, mit welchem man die Öffnung der Papierhülse lose verstopft, sichert die darin befindliche Substanz vor jedem Verlust.

Nach dem Erkalten im Exsikkator läßt man E in den Apparat A hineingleiten, versieht D mittels eines kleinen Trichters mit etwas Quecksilber, stellt die Verbindung mit dem Kühler, wie oben angegeben, und den Wasserzutritt zu demselben her und fügt bei B den Kolben an, welcher zuvor erwärmt, nach dem Erkalten im Exsikkator genau gewogen und dann mit etwa 100 ccm wasserfreiem Äther versehen war. Zweckmäßig bringt man vorher einige kleine Stückchen ausgeglühten Bimsstein in den Kolben, welche mitgewogen werden und demnächst ein ruhiges Sieden des Äthers befördern.

Nachdem man nun den Äther im mäßig erwärmten Wasserbade zur Destillation gebracht hat, vollzieht sich die Extraktion und das Spiel des Apparates genau wie oben und auf S. 244 u. f. beschrieben, er beansprucht keinerlei Aufsicht; man läßt ihn sechs bis acht Stunden in Tätigkeit und darf dann gewiß sein, daß vollständige Entfettung eingetreten. Durch die Entnahme einer kleinen Probe Äther mittels des Hahnes H, welche man auf einem Uhrglase auffängt und verdunsten läßt, kann man leicht feststellen, ob der Äther fettfrei und die Extraktion somit beendet ist. Man destilliert dann den Äther in der oben beschriebenen Weise ab, läßt die letzten Reste desselben durch Einstellen des Kolbens in heißes Wasser (ohne Flamme) abdunsten, trocknet ihn und das darin befindliche Fett drei Stunden lang im Trockenschranke bei 100° C, läßt im Exsikkator erkalten und wägt.

Beispiel. 25,0 g Melassefutter hinterließen nach dem Trocknen 18,90 g Trockensubstanz (= 24,4 Proz. Wassergehalt), von welcher nach dem Mahlen 5,0 g ausgelaugt wurden. Diese Menge entspricht nach dem Ansatz:

$$18{,}9 : 25{,}0 = 5{,}0 : x,$$
$$x = 6{,}61 \text{ g ungetrocknetem Futter.}$$

Die doppelt ausgeführte Ätherextraktion ergab folgende Wägungszahlen:

	1.	2.
Kolben mit Fett . . .	41,396 g	46,418 g
„ leer	41,081 „	46,101 „
Fett	0,315 g	0,317 g,

6,61 g des ungetrockneten Melassefutters enthielten somit im Mittel 0,315 g Fett.

$$6{,}61 : 0{,}315 = 100 : x,$$
$$x = 4{,}78 \text{ Proz. Fett.}$$

D. Bestimmung des Stickstoffgehaltes.

Die Bestimmung des Stickstoffs erfolgt nach der Methode von Kjeldahl (S. 415). Man stellt durch andauerndes Verreiben eines größeren Anteils (20 bis 30 g) des Melassefutters in einer geräumigen Reibschale eine ganz gleichmäßige, innig gemischte Masse her und wägt von derselben 5,0 g ab.

Die Zersetzung mit konzentrierter Schwefelsäure, die demnächstige Destillation und Titration folgt genau den Vorschriften auf S. 415 u. f.

Die gewöhnlich geforderte Umrechnung des Stickstoffgehaltes auf Proteinstoffe bewirkt man durch Multiplikation der gefundenen Stickstoffprozente mit dem Faktor 6,25[1]). Doch ersetzt man richtiger das Wort „Proteinstoffe" durch den Ausdruck „stickstoffhaltige Stoffe", da, wie schon oben bemerkt, der Stickstoff der Melasse zumeist in anderer und nicht in Form von Proteinstoffen vorhanden ist.

Beispiel. 5,0 g Rübentrockenschnitzelmelassefutter sind zersetzt, bei der Destillation 20,0 ccm Normalschwefelsäure vorgeschlagen und bei der Titration im Mittel zweier Bestimmungen 78,0 ccm titrierter Barytlösung gebraucht worden. 1,0 ccm derselben entsprach (S. 419) 0,002664 g Stickstoff, mithin 78,0 × 0,002664 = 0,20779 g Stickstoff.

Da 20,0 ccm Normalschwefelsäure . = 0,28020 g Stickstoff,
78,0 „ Barytlösung . . . . . = 0,20779 „ „

so bleiben für 5,0 g Substanz . . . = 0,07241 g Stickstoff.

$$5{,}0 : 0{,}07241 = 100 : x,$$
$$x = 1{,}448 \text{ Proz. Stickstoff},$$

entsprechend nach obiger Angabe:

1,448 × 6,25 = 9,05 Proz. „stickstoffhaltiger Stoffe".

E. Bestimmung des Gehaltes an Melasse.

Das Mengenverhältnis zwischen Melasse und Melasseträger in den fertigen Mischfuttern läßt sich, wie schon oben hervorgehoben, analytisch nicht mit Genauigkeit feststellen. Annähernd richtige Werte erhält man am einfachsten durch die Methode von Schmöger[2]).

Von dem für die Fettbestimmung unter C getrockneten und feingemahlenen Melassefutter oder, wenn die Fettbestimmung nicht ausgeführt wurde, von einer gleichartig vorbereiteten Probe desselben werden in einer Porzellanschale 5,0 g mit 10 bis 20 ccm Wasser angerührt, auf ein kleines Filter gespült und genau in der Weise, wie bei B b), S. 468 beschrieben, mit kaltem Wasser ausgewaschen. Der

[1]) Man geht dabei von der Annahme aus, daß die Eiweiß- oder Proteinstoffe im Durchschnitt 16 Proz. Stickstoff enthalten ($16 : 100 = 1 : x$, mithin $x = 6{,}25$).

[2]) Landwirtschaftliche Versuchsstationen 1898, S. 108; 1900, S. 33; 1901, S. 21.

wässerige Auszug soll nicht mehr als 100 ccm betragen und kann ohne weiteres entfernt werden. Das nasse Filter wird darauf vorsichtig aus dem Trichter genommen und auf einer Glasplatte ausgebreitet, seinen Inhalt spült man mittels der Spritzflasche in eine kleine flache gewogene Porzellanschale, trocknet ihn, zuerst auf dem Wasserbade, dann im Trockenschrank bis zur Gewichtsbeständigkeit und bestimmt sein Gewicht.

Bei solchem Auswaschen von Melassefuttermitteln mit Wasser geht aber nicht nur die zugemischt gewesene Melasse wieder in Lösung, sondern es werden auch von den Melasseträgern bestimmte Anteile mit fortgeführt, deren Menge naturgemäß nach der Art derselben verschieden ist und um deren Betrag die für die Trockensubstanz gefundene Zahl vermehrt und berichtigt werden muß.

Schmöger hat durch ausgedehnte Versuche die Größe dieses Verlustes für die hier in Betracht kommenden Stoffe festgestellt[1]); in der untenstehenden Tabelle finden sich die betr. Zahlenwerte für die zumeist verwendeten Stoffe aufgeführt. Neben diesen Zahlen ist bei der schließlichen Berechnung dann auch noch der durchschnittliche Wassergehalt des für die Herstellung des untersuchten Mischfutters verwendeten Melasseträgers zu berücksichtigen.

Futtermittel (Melasseträger)	Von 100 g sind in Wasser unlöslich	Durchschnittlicher Wassergehalt [2]) in Prozenten
Baumwollensaatmehl	81,4 g	8,8
Brennereitreber	95,1 „	6,9
Erdnußkuchen	78,6 „	9,8
Getreideschlempe	90,7 „	9,5
Kokosnußkuchenmehl	72,7 „	10,3
Maiskeime	92,8 „	14,3
Malzkeime	62,4 „	11,8
Palmkernkuchenmehl	90,2 „	10,4
Roggenstrohhäcksel	95,2 „	14,3
Rübentrockenschnitzel	90,2 „	10,5
Torfmehl	99,5 „	25,0

Beispiel. Von 5,0 g eines Melassetrockenschnitzelfutters sind nach dem Auswaschen und Trocknen 2,446 g trockener Rückstand gefunden. Nach dem Ansatz:

$$5{,}0 : 2{,}446 = 100 : x$$

läßt die untersuchte Substanz somit zunächst

$x = 48{,}92$ Proz. wasserunlöslichen Rückstand finden.

[1]) Landwirtschaftliche Versuchsstationen 1903, S. 245.

[2]) Nach „Mittlere Zusammensetzung der Futtermittel“ (Stammers Taschenkalender für Zuckerfabrikanten 1909/10, S. 124).

Da von reinen Rübentrockenschnitzeln nach obenstehender Zusammenstellung nur ein Betrag von 90,2 Proz. tatsächlich wasserunlöslich ist, so ist der gefundene Wert von 48,92 mit Hilfe jener Zahl zu berichtigen. Der Ansatz:

$$90.2 : 100 = 48,92 : x$$

ergibt dementsprechend

$x = 54,24$ Proz. wasserfreier Rübentrockenschnitzel

in dem untersuchten Futtermittel.

Bei einem durchschnittlichen Wassergehalt von 10,5 Proz., also einem Trockensubstanzgehalt von 89,5 Proz., berechnet sich daraus eine bei der Mischung des Futters verwendete Menge von Rübentrockenschnitzeln der gewöhnlichen lufttrockenen Beschaffenheit nach dem Ansatz:

$$89,5 : 100 = 54,24 : x,$$

$x = 60,6$ Proz. Schnitzel als Melasseträger,

und somit 39,4 „ Melassezusatz,

100,0 Proz.

Das Mischungsverhältnis war also rund 40 : 60 [1]). Der Zuckergehalt dieses Melassefutters wurde zu 19,4 Proz. gefunden.

Nimmt man den Durchschnittsgehalt der Melassen an Zucker zu rund 48 Proz. an, so läßt sich der stattgehabte Zusatz an Melasse zu einem unveränderten Futtermittel auch recht wohl annähernd schätzen. Aus dem oben gefundenen Zuckergehalt von 19,4 Proz. würde demgemäß nach dem Ansatz:

$$48 : 100 = 19,4 : x, \qquad x = 40,4$$

der Melassegehalt des Futters ebenfalls, wie nach Schmöger gefunden, zu etwa 40 Proz. anzunehmen sein.

Zusammenstellung. Ein nach den vorstehend beschriebenen Methoden untersuchtes, aus Rübentrockenschnitzeln und Melasse zusammengemischtes Futter enthielt:

15,3 Proz. Feuchtigkeit,
19,4 „ Zucker,
1,45 „ Stickstoff, entsprechend:
9,05 „ stickstoffhaltige Stoffe,
0,61 „ Rohfett (Ätherextrakt).

Das Mischungsverhältnis wurde = 40 Proz. Melasse zu 60 Proz. Rübentrockenschnitzeln gefunden.

---

[1]) Eine andere Methode „zur Bestimmung des Melassegehaltes in Melassefuttermitteln", welche die Menge der Melassetrockensubstanz bestimmt und hieraus auf die Menge der verwendeten Melasse schließt, hat Neubauer ausgearbeitet. (Landwirtschaftliche Versuchsstationen 51, 421, s. auch ebenda 54, 27 und 56, 43.) Sie gilt für gleichwertig mit der Schmögerschen Methode.

ANHANG.

I.

Untersuchung von Glykose- und Invertzuckerfabrikaten.

1. Glykosefabrikate.

Die Glykose (Stärkezucker) ist ein Umwandlungsprodukt der Stärke (S. 3) und wird je nach der Natur und Beschaffenheit der verwendeten Rohstoffe und Hilfssubstanzen wie auch nach dem Gebrauchszweck der gewünschten Produkte in größerer oder geringerer Reinheit dargestellt. Selten wird ein reiner Stärkezucker zur Untersuchung gelangen; weit häufiger liegen sogenannte technisch reine Stärkezucker in fester Form oder Stärkesirupe (Kapillärsirupe) vor, beides Präparate, welche neben dem eigentlichen Stärkezucker nur verhältnismäßig geringe Mengen von Mineralstoffen, je nach ihrer Konsistenz wechselnde Mengen von Wasser und außerdem sehr schwankende Mengen von organischen Neben- bzw. Zwischenprodukten enthalten, welche für die Untersuchung von großer Bedeutung sind, aber eine genaue Analyse nicht allein sehr erschweren, sondern häufig geradezu unmöglich machen. Es ist bereits erwähnt (S. 3 und 24), daß die Umwandlung der Stärke unter dem Einfluß von Säuren oder Fermenten zunächst zu Dextrinen und sodann zur Glykose bzw. Maltose führt. Daß die ersteren in den unreinen Glykosefabrikaten stets vorkommen, ist festgestellt; es ist aber noch nicht mit Bestimmtheit nachgewiesen, daß Maltose in allen Fabrikaten enthalten ist.

Da die Dextrine neben ihrem starken Drehungsvermögen (spez. Drehung etwa $+195^0$) auch ein gewisses, wenn auch der Glykose gegenüber geringeres Reduktionsvermögen gegen Fehlingsche Lösung usw. besitzen, so ist ersichtlich, daß bei ihrer Gegenwart weder auf polarimetrischem noch gewöhnlichem gewichtsanalytischem Wege die Menge der Glykose genau bestimmt werden kann. Dazu kommt noch die Ungewißheit der Anwesenheit von Maltose. Einer genauen Trennung durch Lösungs- und Fällungsmittel, z. B. der Dextrine durch Alkohol,

stellen sich die genannten Körper durch gegenseitige Beeinflussung entgegen. Ähnliches gilt vorläufig für die von vielen Chemikern erhoffte Trennung durch Vergärung mittels geeigneter Hefearten.

Unter diesen Verhältnissen begnügt man sich in den meisten Fällen mit der Bestimmung des Reduktionsvermögens eines Glykosefabrikates gegen Fehlingsche Lösung unter Berechnung auf Glykose und gegebenenfalls der Dextrine nach vorhergegangener Inversion mittels Salzsäure.

a) Bestimmung der Glykose.

Man stellt zuerst eine Lösung des zu untersuchenden Zuckers oder Sirups her, welche nahezu 1 Proz. enthält, löst von trockenem Stärkezucker 5 g, von Sirupen 10 g mit destilliertem Wasser zu 500 ccm und filtriert, wenn nötig. Eine Klärung mit Bleiessig ist nicht erforderlich. Andererseits mischt man in einem graduierten Zylinder 60 ccm Fehlingsche Kupferlösung (30 ccm „F. I.“ und 30 ccm „F. II.“) und bringt die dunkelblaue Flüssigkeit, welche noch mit 60 ccm Wasser verdünnt wird, in einem Kochkolben mit untergelegtem Asbestring mittels einer mäßigen Flamme zum Kochen. Sobald lebhaftes Aufwallen eingetreten ist, fügt man mittels einer Pipette 25 ccm der oben dargestellten Zuckerlösung hinzu und hält die Flüssigkeit genau zwei Minuten lang im Kochen. Die vorhandene Glykose scheidet eine entsprechende Menge rotes Kupferoxydul aus, welches nach beendetem Kochen sofort abfiltriert und als metallisches Kupfer nach den S. 113 u. f. gemachten Angaben bestimmt wird. Aus der nachstehenden Tabelle XVIII ersieht man die dem Kupfer entsprechende Menge Glykose.

Beispiel. 5 g weißer „Stärkezucker“ wurden zu 500 ccm mit destilliertem Wasser gelöst und 25 ccm dieser Lösung zur Fällung verwendet. Als Mittel von drei gut übereinstimmenden Zahlen wurden 0,431 g metallisches Kupfer erhalten. Nach untenstehender Tabelle entsprechen 431 mg Kupfer = 231,0 mg Traubenzucker oder Glykose, welche in 25 ccm Lösung = 0,25 g Substanz enthalten sind.

$$0{,}25 : 0{,}2310 = 100 : x, = 92{,}4 \text{ Proz. Glykose.}$$

Unter Zuziehung der in dem Untersuchungsmuster gleichzeitig auszuführenden Bestimmungen von Wasser- (nach S. 134) und Aschegehalt (nach S. 141) (aber ohne Anwendung von Schwefelsäure) würde sich die Zusammensetzung dieses Stärkezuckers stellen auf:

92,40	Proz.	Glykose,
3,20	„	Wasser,
0,43	„	Asche,
3,97	„	organ. Nichtzucker (Dextrine usw.),
100,00	Proz.	

Tabelle XVIII

zur Ermittelung der Glykose (Traubenzucker) aus den gewichtsanalytisch bestimmten Kupfermengen.

(Nach Allihn.)

Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg
10	6,1	40	20,9	70	35,8	100	50,9	130	66,2
11	6,6	41	21,4	71	36,3	101	51,4	131	66,7
12	7,1	42	21,9	72	36,8	102	51,9	132	67,2
13	7,6	43	22,4	73	37,3	103	52,4	133	67,7
14	8,1	44	22,9	74	37,8	104	52,9	134	68,2
15	8,6	45	23,4	75	38,3	105	53,5	135	68,8
16	9,0	46	23,9	76	38,8	106	54,0	136	69,3
17	9,5	47	24,4	77	39,2	107	54,5	137	69,8
18	10,0	48	24,9	78	39,8	108	55,0	138	70,3
19	10,5	49	25,4	79	40,3	109	55,5	139	70,8
20	11,0	50	25,9	80	40,8	110	56,0	140	71,3
21	11,5	51	26,4	81	41,3	111	56,5	141	71,8
22	12,0	52	26,9	82	41,8	112	57,0	142	72,3
23	12,5	53	27,4	83	42,3	113	57,5	143	72,9
24	13,0	54	27,9	84	42,8	114	58,0	144	73,4
25	13,5	55	28,4	85	43,4	115	58,6	145	73,9
26	14,0	56	28,8	86	43,9	116	59,1	146	74,4
27	14,5	57	29,3	87	44,4	117	59,6	147	74,9
28	15,0	58	29,8	88	44,9	118	60,1	148	75,5
29	15,5	59	30,3	89	45,4	119	60,6	149	76,0
30	16,0	60	30,8	90	45,9	120	61,1	150	76,5
31	16,5	61	31,3	91	46,4	121	61,6	151	77,0
32	17,0	62	31,8	92	46,9	122	62,1	152	77,5
33	17,5	63	32,3	93	47,4	123	62,6	153	78,1
34	18,0	64	32,8	94	47,9	124	63,1	154	78,6
35	18,5	65	33,3	95	48,4	125	63,7	155	79,1
36	18,9	66	33,8	96	48,9	126	64,2	156	79,6
37	19,4	67	34,3	97	49,4	127	64,7	157	80,1
38	19,9	68	34,8	98	49,9	128	65,2	158	80,7
39	20,4	69	35,3	99	50,4	129	65,7	159	81,2

Tabelle XVIII. (Fortsetzung.)

Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg
160	81,7	200	102,6	240	123,9	280	145,5	320	167,5
161	82,2	201	103,1	241	124,4	281	146,1	321	168,1
162	82,7	202	103,7	242	125,0	282	146,6	322	168,6
163	83,3	203	104,2	243	125,5	283	147,2	323	169,2
164	63,8	204	104,7	344	126,0	284	147,7	324	169,7
165	84,3	205	105,3	245	126,6	285	148,3	325	170,3
166	84,8	206	105,8	246	127,1	286	148,8	326	170,9
167	85,3	207	106,3	247	127,6	287	149,4	327	171,4
168	85,9	208	106,8	248	128,1	288	149,9	328	172,0
169	86,4	209	107,4	249	128,7	289	150,5	329	172,5
170	86,9	210	107,9	250	129,2	290	151,0	330	173,1
171	87,4	211	108,4	251	129,7	291	151,6	331	173,7
172	87,9	212	109,0	252	130,3	292	152,1	332	174,2
173	88,5	213	109,5	253	130,8	293	152,7	333	174,8
174	89,0	214	110,0	254	131,4	294	153,2	334	175,3
175	89,5	215	110,6	255	131,9	295	153,8	335	175,9
176	90,0	216	111,1	256	132,4	296	154,3	336	176,5
177	90,5	217	111,6	257	133,0	297	154,9	337	177,0
178	91,1	218	112,1	258	133,5	298	155,4	338	177,6
179	91,6	219	112,7	259	134,1	299	156,0	339	178,1
180	92,1	220	113,2	260	134,6	300	156,5	340	178,7
181	92,6	221	113,7	261	135,1	301	157,1	341	179,3
182	93,1	222	114,3	262	135,7	302	157,6	342	179,8
183	93,7	223	114,8	263	136,2	303	158,2	343	180,4
184	94,2	224	115,3	264	136,8	304	158,2	344	180,9
185	94,7	225	115,9	265	137,3	305	158,7	345	181,5
186	95,2	226	116,4	266	137,8	306	159,3	346	182,1
187	95,7	227	116,9	267	138,4	307	159,8	347	182,6
188	96,3	228	117,4	268	138,9	308	160,4	348	183,2
189	96,8	229	118,0	269	139,5	309	161,5	349	183,7
190	97,3	230	118,5	270	140,0	310	162,0	350	184,3
191	97,8	231	119,0	271	140,5	311	162,6	351	184,9
192	98,4	232	119,6	272	141,1	312	163,1	352	185,4
193	98,9	233	120,1	273	141,7	313	163,7	353	186,0
194	99,4	234	120,7	274	142,2	314	164,2	354	186,6
195	100,0	235	121,2	275	142,8	315	164,8	355	187,2
196	100,5	236	121,7	276	143,3	316	165,3	356	187,7
197	101,0	237	122,3	277	143,9	317	165,9	357	188,3
198	101,5	238	122,8	278	144,4	318	166,4	358	188,9
199	102,0	239	123,4	279	145,0	319	167,0	359	189,4

Tabelle XVIII. (Fortsetzung.)

Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg	Kupfer mg	Glykose mg
360	190,0	380	201,4	400	212,9	420	224,5	440	236,3
361	190,6	381	202,0	401	213,5	421	225,1	441	236,9
362	191,1	382	202,5	402	214,1	422	225,7	442	237,5
363	191,7	383	203,1	403	214,6	423	226,3	443	238,1
364	192,3	384	203,7	404	215,2	424	226,9	444	238,7
365	192,9	385	204,3	405	215,8	425	227,5	445	239,3
366	193,4	386	204,8	406	216,4	426	228,0	446	239,8
367	194,0	387	205,4	407	217,0	427	228,6	447	240,4
368	194,6	388	206,0	408	217,5	428	229,2	448	241,0
369	195,1	389	206,5	409	218,1	429	229,8	449	241,6
370	195,7	390	207,1	410	218,7	430	230,4	450	242,2
371	196,3	391	207,7	411	219,3	431	231,0	451	242,8
372	196,8	392	208,3	412	219,9	432	231,6	452	243,4
373	197,4	393	208,8	413	220,4	433	232,2	453	244,0
374	198,0	394	209,4	414	221,0	434	232,8	454	244,6
375	198,6	395	210,0	415	221,6	435	233,4	455	245,2
376	199,1	396	210,6	416	222,2	436	233,9	456	245,7
377	199,7	397	211,2	417	222,8	437	234,5	457	246,3
378	200,3	398	211,7	418	223,3	438	235,1	458	246,9
379	200,8	399	212,3	419	223,9	439	235,7	459	247,5

b) Bestimmung des Dextrins.

Erscheint diese Bestimmung, wie z. B. in Stärkesirupen, wünschenswert, so verwandelt man durch kräftige Inversion mittels starker Salzsäure das Dextrin ebenfalls in Glykose, bestimmt deren Gesamtgehalt nach a, zieht von diesem den gleichfalls ermittelten Betrag der ursprünglich vorhandenen Glykosemenge ab und rechnet den für Dextrin verbleibenden Rest auf Glykose um.

Die bisher übliche Methode der Inversion des Dextrins und die Umrechnung der aus diesem entstandenen und gefundenen Glykose gibt zu niedrige Werte und ist durch eine abgeänderte zu ersetzen[1]). Danach löst man 20 g Stärkesirup in Wasser zu 500 ccm, verdünnt 50 ccm hiervon zu 200 ccm und kocht von dieser Lösung 25 ccm (= 0,25 g) mit Fehlingscher Lösung in der unter a angegebenen Weise. Das hier gefundene Kupfer wird mit Hilfe der Tabelle XVIII auf Prozente Glykose berechnet. Andererseits werden weitere 50 ccm der ursprünglichen Lösung (= 2 g) in einem 250-ccm-Kolben mit 50 ccm

[1]) Rössing, Zeitschr. f. öffentl. Chemie 1904, 2.

Wasser und 15 ccm rauchender Salzsäure (vom spez. Gew. 1,19) zwei Stunden lang im lebhaft siedenden Wasserbade erhitzt; die abgekühlte Lösung wird nach Hineinwerfen eines Stückchens Lackmuspapiers mit Natronlauge bis zu schwach saurer Reaktion versetzt und zur Marke aufgefüllt. Hiervon werden 25 ccm (= 0,2 g Sirup) in derselben Weise mit Fehlingscher Lösung gekocht. Man berechnet ebenso die der erhaltenen Kupferzahl entsprechende prozentische Menge Glykose, zieht von dieser die zuerst für Glykose gefundene Menge ab und multipliziert den Unterschied mit 0,93.

Beispiel. Bei der Untersuchung eines Stärkesirups wurden aus 0,25 g 198 mg Kupfer = 101,5 mg Glykose = 40,60 Proz. gefunden. Weiterhin gaben nach der Inversion 0,2 g 330 mg Kupfer = 173,1 mg Glykose = 86,55 Proz. Der Unterschied 86,55 — 40,60 = 45,95 multipliziert mit 0,93 ergibt 42,73 Proz. Dextrin.

Unter Zuziehung der im Untersuchungsmuster gleichzeitig unter Anwendung von Sand auszuführenden Bestimmung des Wassergehalts (nach S. 184) und ohne Schwefelsäurezusatz auszuführenden Aschegehalts würde sich die Zusammensetzung dieses Stärkesirups stellen auf

40,60	Proz.	Glykose,
42,73	„	Dextrin,
0,32	„	Asche,
15,22	„	Wasser,
1,13	„	sonstige Nichtzuckerstoffe,
100,00.		

Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Rohrzucker oder Invertzucker ist eine Dextrinbestimmung in dieser Weise überhaupt nicht ausführbar, da die Fruktose hierbei zerstört, das Dextrin aber unter den auf S. 105 angegebenen Inversionsbedingungen nicht geändert wird.

2. Invertzuckerfabrikate.

Die Untersuchung von Produkten der Zuckerindustrie auf Invertzucker ist bereits im Hauptteil ausführlich besprochen. Außer diesen kommen häufig andere invertzuckerhaltige Stoffe zur Untersuchung, welche wegen besonderer Eigenschaften, äußere Beschaffenheit, Löslichkeit, Verdünnung, Vermischung mit fremden Stoffen u. a., eine Untersuchung nach den früher gegebenen Vorschriften unmöglich machen oder unzweckmäßig erscheinen lassen. Da die meisten Natur- und Kunstprodukte, welche auf Kupferlösung reduzierend wirken und nicht Stärkezucker- oder Maltosefabrikate sind, Invertzucker enthalten, so wird auch selbst dann, wenn noch andere reduzierende Zucker zugegen sind, die Gesamtmenge aller gewöhnlich als Invertzucker berechnet und angegeben.

Tabelle XIX

zur Ermittelung des Invertzuckers aus den gewichtsanalytisch bestimmten Kupfermengen.

(Nach Meissl und Wein.)

Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g
0,010[1])	0,0061	0,040	0,0209	0,070	0,0358	0,100	0,0521
1	0,0066	1	0,0214	1	0,0363	1	0,0527
2	0,0071	2	0,0219	2	0,0368	2	0,0532
3	0,0076	3	0,0224	3	0,0373	3	0,0537
4	0,0081	4	0,0229	4	0,0378	4	0,0543
5	0,0086	5	0,0234	5	0,0383	5	0,0548
6	0,0090	6	0,0239	6	0,0388	6	0,0553
7	0,0095	7	0,0244	7	0,0393	7	0,0559
8	0,0100	8	0,0249	8	0,0898	8	0,0565
9	0,0105	9	0,0254	9	0,0403	9	0,0569
0,020	0,0110	0,050	0,0259	0,080	0,0408	0,110	0,0575
1	0,0115	1	0,0264	1	0,0413	1	0,0580
2	0,0120	2	0,0269	2	0,0418	2	0,0585
3	0,0125	3	0,0274	3	0,0423	3	0,0591
4	0,0130	4	0,0279	4	0,0428	4	0,0596
5	0,0135	5	0,0284	5	0,0484	5	0,0601
6	0,0140	6	0,0288	6	0,0439	6	0,0607
7	0,0145	7	0,0293	7	0,0444	7	0,0612
8	0,0150	8	0,0298	8	0,0449	8	0,0617
9	0,0155	9	0,0303	9	0,0454	9	0,0623
0,030	0,0160	0,060	0,0308	0,090[2])	0,0469	0,120	0,0628
1	0,0165	1	0,0313	1	0,0474	1	0,0633
2	0,0170	2	0,0318	2	0,0479	2	0,0639
3	0,0175	3	0,0323	3	0,0484	3	0,0644
4	0,0180	4	0,0328	4	0,0489	4	0,0649
5	0,0185	5	0,0333	5	0,0495	5	0,0655
6	0,0189	6	0,0338	6	0,0500	6	0,0660
7	0,0194	7	0,0343	7	0,0505	7	0,0665
8	0,0199	8	0,0348	8	0,0511	8	0,0671
9	0,0204	9	0,0353	9	0,0516	9	0,0676

[1]) E. Wein, Tabellen zur quantitativen Bestimmung der Zuckerarten, Tabelle zur Bestimmung des Traubenzuckers.

[2]) E. Wein, Invertzuckertabelle.

Tabelle XIX. (Fortsetzung.)

Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g
0,130	0,0681	0,170	0,0897	0,210	0,1119	0,250	0,1346
1	0,0687	1	0,0903	1	0,1125	1	0,1352
2	0,0692	2	0,0908	2	0,1130	2	0,1358
3	0,0697	3	0,0914	3	0,1136	3	0,1363
4	0,0703	4	0,0919	4	0,1142	4	0,1369
5	0,0708	5	0,0924	5	0,1147	5	0,1375
6	0,0713	6	0,0930	6	0,1153	6	0,1381
7	0,0719	7	0,0935	7	0,1158	7	0,1386
8	0,0724	8	0,0941	8	0,1164	8	0,1392
9	0,0729	9	0,0946	9	0,1170	9	0,1398
0,140	0,0735	0,180	0,0952	0,220	0,1175	0,260	0,1404
1	0,0740	1	0,0957	1	0,1181	1	0,1409
2	0,0745	2	0,0962	2	0,1187	2	0,1415
3	0,0751	3	0,0968	3	0,1192	3	0,1421
4	0,0756	4	0,0973	4	0,1198	4	0,1427
5	0,0761	5	0,0978	5	0,1204	5	0,1432
6	0,0767	6	0,0984	6	0,1209	6	0,1438
7	0,0772	7	0,0990	7	0,1215	7	0,1444
8	0,0778	8	0,0995	8	0,1221	8	0,1449
9	0,0783	9	0,1001	9	0,1226	9	0,1455
0,150	0,0789	0,190	0,1006	0,230	0,1232	0,270	0,1461
1	0,0794	1	0,1012	1	0,1238	1	0,1467
2	0,0800	2	0,1017	2	0,1243	2	0,1472
3	0,0805	3	0,1023	3	0,1249	3	0,1478
4	0,0810	4	0,1029	4	0,1255	4	0,1484
5	0,0816	5	0,1034	5	0,1260	5	0,1490
6	0,0821	6	0,1040	6	0,1266	6	0,1495
7	0,0827	7	0,1046	7	0,1272	7	0,1501
8	0,0832	8	0,1051	8	0,1278	8	0,1507
9	0,0838	9	0,1057	9	0,1283	9	0,1513
0,160	0,0843	0,200	0,1063	0,240	0,1289	0,280	0,1519
1	0,0848	1	0,1068	1	0,1295	1	0,1525
2	0,0854	2	0,1074	2	0,1300	2	0,1531
3	0,0859	3	0,1079	3	0,1306	3	0,1537
4	0,0865	4	0,1085	4	0,1312	4	0,1543
5	0,0870	5	0,1091	5	0,1318	5	0,1549
6	0,0876	6	0,1096	6	0,1323	6	0,1555
7	0,0881	7	0,1102	7	0,1329	7	0,1561
8	0,0886	8	0,1108	8	0,1335	8	0,1567
9	0,0892	9	0,1113	9	0,1341	9	0,1572

Tabelle XIX. (Fortsetzung.)

Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g	Kupfer g	Zucker g
0,290	0,1578	0,330	0,1816	0,370	0,2061	0,410	0,2321
1	0,1584	1	0,1822	1	0,2067	1	0,2328
2	0,1590	2	0,1828	2	0,2073	2	0,2335
3	0,1596	3	0,1835	3	0,2080	3	0,2343
4	0,1602	4	0,1841	4	0,2086	4	0,2350
5	0,1608	5	0,1847	5	0,2092	5	0,2357
6	0,1614	6	0,1854	6	0,2099	6	0,2364
7	0,1620	7	0,1860	7	0,2105	7	0,2371
8	0,1626	8	0,1866	8	0,2111	8	0,2378
9	0,1632	9	0,1872	9	0,2117	9	0,2385
0,300	0,1638	0,340	0,1878	0,380	0,2124	0,420	0,2392
1	0,1644	1	0,1884	1	0,2130	1	0,2399
2	0,1650	2	0,1890	2	0,2136	2	0,2406
3	0,1656	3	0,1896	3	0,2143	3	0,2413
4	0,1662	4	0,1902	4	0,2149	4	0,2420
5	0,1668	5	0,1908	5	0,2155	5	0,2427
6	0,1673	6	0,1914	6	0,2161	6	0,2434
7	0,1679	7	0,1920	7	0,2168	7	0,2441
8	0,1685	8	0,1926	8	0,2174	8	0,2449
9	0,1691	9	0,1932	9	0,2180	9	0,2456
0,310	0,1697	0,350	0,1938	0,390	0,2187	0,430	0,2463
1	0,1703	1	0,1944	1	0,2193		
2	0,1709	2	0,1950	2	0,2199		
3	0,1715	3	0,1956	3	0,2205		
4	0,1721	4	0,1962	4	0,2212		
5	0,1727	5	0,1968	5	0,2218		
6	0,1733	6	0,1974	6	0,2224		
7	0,1739	7	0,1980	7	0,2231		
8	0,1745	8	0,1986	8	0,2237		
9	0,1751	9	0,1992	9	0,2243		
0,320	0,1756	0,360	0,1998	0,400	0,2249		
1	0,1762	1	0,2004	1	0,2257		
2	0,1768	2	0,2011	2	0,2264		
3	0,1774	3	0,2017	3	0,2271		
4	0,1780	4	0,2023	4	0,2278		
5	0,1786	5	0,2030	5	0,2286		
6	0,1792	6	0,2036	6	0,2293		
7	0,1798	7	0,2042	7	0,2300		
8	0,1804	8	0,2048	8	0,2307		
9	0,1810	9	0,2055	9	0,2314		

Die Bestimmung des Invertzuckers erfolgt nach der Vorschrift von Meissl. 50 ccm frisch gemischter Fehlingscher Lösung werden mit der Zuckerlösung, welche nicht mehr als 0,245 g Invertzucker enthalten darf, gemischt, mit Wasser auf 100 ccm gebracht und zwei Minuten im Sieden erhalten. Die weitere Behandlung des abgeschiedenen und filtrierten Kupferoxyduls ist auf S. 113 angegeben. Die gewogene Kupfermenge läßt aus der vorstehenden Tabelle XIX die ihr entsprechende Invertzuckermenge ersehen.

Beispiel. 0,25 g einer invertzuckerhaltigen Substanz ergaben 0,202 g Kupfer, entsprechend 0,1074 g Invertzucker = 42,96 Proz.

3. Bestimmung von Glykose und Invertzucker neben anderen reduzierenden Zuckern.

Sie gründet sich auf das verschiedene Reduktionsvermögen der Zuckerarten gegen Fehlingsche Kupferlösung und Sachssesche Quecksilberlösung[1]) und wird auf maßanalytischem Wege ausgeführt.

Nach den Untersuchungen von Soxhlet[2]) reduziert in einprozentiger Lösung:

	Kupferlösung	Quecksilberlösung
1,0 g Dextrose . . .	210,4 ccm,	302,5 ccm,
1,0 „ Lävulose . . .	194,4 „	449,5 „
1,0 „ Invertzucker . .	202,4 „	376,0 „
1,0 „ Milchzucker . .	148,0 „	214,5 „
1,0 „ Maltose	128,4 „	197,6 „

Zur Ausführung der Bestimmung stellt man die Zuckerlösung derartig her, daß dieselbe nahezu 1 g an reduzierendem Zucker in 100 ccm enthält, und titriert in bekannter Weise einmal mit 50 ccm Fehlingscher Lösung (unter Anwendung einer kalt gesättigten, mit Essigsäure stark angesäuerten Lösung von Ferrocyankalium als Indikator, S. 121), ein zweites Mal mit 50 ccm Sachssescher Lösung [unter Anwendung einer mit Natronlauge bis zur Wiederauflösung des entstandenen Niederschlages versetzten Zinnchlorürlösung als Indikator[3])].

Die bei der Analyse gewonnenen Zahlenwerte stellt man in nachstehende Rechnungsformeln ein:

$$1.\quad ax + by = F,$$
$$2.\quad cx + dy = S,$$

---

[1]) Siehe Anhang.

[2]) Journ. f. prakt. Chemie, N. F. 21, 227.

[3]) Man prüft, wie bei Anwendung der Fehlingschen Lösung, indem man zwei Tropfen der beiden Flüssigkeiten nebeneinander auf weißes Filtrierpapier setzt. Anfangs, solange noch unzersetztes Quecksilbersalz vorhanden, entsteht eine schwarze Fällung, dann eine leichte Bräunung, und wenn alles Quecksilber ausgefällt ist, bleibt die Farbe unverändert.

worin:

a die Anzahl der Cubikcentimeter Fehlingscher Lösung, welche durch 1,0 g der einen gesuchten Zuckerart reduziert werden;

b die Anzahl der Cubikcentimeter Fehlingscher Lösung, welche durch 1,0 g der anderen gesuchten Zuckerart reduziert werden;

c die Anzahl der Cubikcentimeter Sachssescher Lösung, welche durch 1,0 g der einen gesuchten Zuckerart reduziert werden;

d die Anzahl der Cubikcentimeter Sachssescher Lösung, welche durch 1,0 g der anderen gesuchten Zuckerart reduziert werden;

F die Anzahl Cubikcentimeter Fehlingscher Lösung, welche für 100 ccm der untersuchten Zuckerlösung sich berechnen;

S die Anzahl Cubikcentimeter Sachssescher Lösung, welche für 100 ccm der untersuchten Zuckerlösung sich berechnen;

x und y endlich die gesuchten Mengen der beiden in 100 ccm der untersuchten Zuckerlösung vorhandenen Zuckerarten.

Aus der Formel 1 berechnen sich:

$$3.\quad x = \frac{F - by}{a},$$

aus der Formel 2:

$$4.\quad x = \frac{S - dy}{c},$$

mithin

$$5.\quad \frac{F - by}{a} = \frac{S - dy}{c}$$

und

$$6.\quad y = \frac{aS - cF}{ad - bc}.$$

Der für y hier gefundene Wert in Formel 3 eingesetzt, ergibt dann den Wert für x.

Beispiel. Ein mit Stärkezucker (x) versetzter Invertzuckersirup liegt zur Untersuchung vor. Die Bestimmung der Asche ergab 0,4 Proz., die des Wassers 25,0 Proz., so daß etwa 75 Proz. reduzierender Zucker vorhanden sind. Zur Herstellung einer angemessenen Zuckerlösung durften also 12 bis etwa 16 g Sirup abgewogen werden.

Die Wägung ergab 16,273 g, welche zu 1000 ccm Flüssigkeit aufgelöst wurden.

Zur Reduktion von 50 ccm Fehlingscher Lösung wurden 20,0 ccm von 50 ccm Sachssescher Lösung 12,0 ccm jener Zuckerlösung verbraucht.

Es würden mithin zu 100 ccm Zuckerlösung

$$20{,}0 : 50 = 100 : x,$$
$$x = 250{,}0 \text{ ccm Fehlingsche Lösung } (= F)$$

und

$$12{,}0 : 50 = 100 : x,$$

x = 416,6 ccm Sachssesche Lösung (= S)

sich berechnen und somit in obige Formeln einzustellen sein für:

$$\left.\begin{array}{l} a = 210{,}4 \\ b = 202{,}4 \\ c = 302{,}5 \\ d = 376{,}0 \end{array}\right\} \text{s. S. 485,}$$

$$F = 250{,}0,$$
$$S = 416{,}6.$$

Demnach berechnet sich für y (Invertzucker) nach Formel 6:

$$y = \frac{(210{,}4 \times 416{,}6) - (302{,}5 \times 250{,}0)}{(210{,}4 \times 376{,}0) - (202{,}4 \times 302{,}5)} = \frac{12027{,}64}{17884{,}40},$$

oder

y = 0,6725 g Invertzucker in 100 ccm obiger Zuckerlösung.

Setzt man diesen Wert in Formel 3 ein, so ergibt sich für

$$x = \frac{250{,}0 - (202{,}4 \times 0{,}6725)}{210{,}4} = \frac{113{,}886}{210{,}4},$$

oder

x = 0,541 g Dextrose in 100 ccm obiger Zuckerlösung.

Diese 100 ccm enthielten aber 1,6273 g Sirup, wonach sich in Prozenten desselben berechnet:

$$1{,}6273 : 0{,}6725 = 100 : x,$$

x = 41,3 Proz. Invertzucker,

und

$$1{,}6273 : 0{,}541 = 100 : x,$$

x = 33,3 Proz. Dextrose oder Stärkezucker.

Die Zusammensetzung des Sirups stellt sich mithin wie folgt:

41,3	Proz.	Invertzucker,
33,3	„	Stärkezucker,
25,0	„	Wasser,
0,4	„	Asche,
100,0	Proz.	

II.

Reagentien und titrierte Flüssigkeiten, ihre Bereitung und Prüfung.

1. Reagentien.

Äther ($C_4H_{10}O$).

Reiner Äther muß bei 17,5° C ein spezifisches Gewicht von 0,720 besitzen und einen Siedepunkt von 34 bis 36° C. Beim Schütteln von 10 ccm Äther in 3 ccm Wasser darf letzteres keine saure Reaktion annehmen; er soll beim Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen und frei von Wasser sein (entwässerter Kupfervitriol darf beim Schütteln mit Äther nicht grün oder blau werden).

Ätznatron (NaOH).

Man benutzt entweder reines, mit Alkohol gereinigtes, festes Ätznatron oder die im Handel gehende reine Natronlauge von etwa 1,340 bis 1,400 spez. Gew. 30 g festes Ätznatron, mit destilliertem Wasser zu 100 ccm gelöst, sollen eine farblose und klare Lösung geben von 1,340 spez. Gew. — Die mit Salzsäure wenig übersättigte, heiße Lösung, mit Chlorbaryumlösung versetzt, darf nach mehrstündigem Stehen keinen Niederschlag zeigen (Schwefelsäure).

Natronlauge darf, mit Salzsäure versetzt, keine Kohlensäure entwickeln, die mit Salzsäure angesäuerte Lösung auf Zusatz von Ammoniak sich nicht trüben (Tonerde) und durch Schwefelammonium nicht geschwärzt werden (Eisen).

Die mit Salpetersäure angesäuerte Lösung darf auf Zusatz von salpetersaurem Silber nur eine ganz schwache Trübung, aber keinen Niederschlag zeigen (Chlor) und die mit Salzsäure übersättigte und zur Trockne verdampfte Lösung beim Behandeln mit Wasser keinen unlöslichen Rückstand hinterlassen (Kieselsäure).

Auf S. 372 befindet sich eine Tabelle über den Gehalt der Natronlauge bei verschiedenen spezifischen Gewichten.

Ätzkali (KOH).

Man verwendet käufliches, mit Alkohol gereinigtes, festes Ätzkali. **Kalilauge** stellt man durch Auflösen desselben in Wasser her; 30 g zu 100 ccm mit destilliertem Wasser gelöst, geben eine Kalilauge von 1,340 spez. Gew. Die Prüfung auf Verunreinigungen wird in gleicher Weise, wie bei „Ätznatron“, ausgeführt.

Alkohol (C_2H_6O).

Man benutzt „absoluten“ Alkohol vom spez. Gew. 0,7931 bei 15,0° C, entsprechend einem Alkoholgehalt von 99,8 Gew.-Tln. in 100 Tln. oder solchen von 80 bis 90 Proz. Die diesbezüglichen Angaben finden sich bei den einzelnen Fällen seiner Anwendung vorgeschrieben. Zwei Tabellen mit Angabe des Gehalts an Alkohol in Gewichts- und Maßprozenten, entsprechend dem spezifischen Gewicht, befinden sich im Anhang III unter XXII und XXIII. Zur Herstellung wässeriger Gemische dient die daselbst gegebene Tabelle XXIV.

Reiner Alkohol darf, zwischen den Händen gerieben, keinen Geruch nach Fuselöl hinterlassen, muß auf Lackmuspapier vollständig neutral reagieren und ohne Rückstand verdunsten. Mit Wasser muß er sich ohne Trübung mischen.

Ammoniak (NH_3).

Die reine Ammoniakflüssigkeit des Handels vom spez. Gew. 0,925 enthält 20 Proz. Ammoniak, muß klar und farblos sein, darf beim Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen und, mit Schwefelammon versetzt, keine Veränderung zeigen (Eisen, Kupfer). Ammoniak, mit Kalkwasser vermischt, darf sich nicht trüben (Kohlensäure), muß nach dem Übersättigen mit Salpetersäure farblos bleiben (Pyridin) und diese Lösung darf durch salpetersaures Silber nicht getrübt werden (Chlor).

Ammoniumkarbonatlösung $(NH_4)_2CO_3$.

1 Tl. käufliches, reines Ammoniumkarbonat zu 4 Tln. Wasser, unter Hinzufügung von 1 Tl. Ammoniakflüssigkeit (0,925 spez. Gew.).

Die Lösung muß sich ohne Rückstand verflüchtigen und darf nach dem Übersättigen mit Salpetersäure weder durch Chlorbaryum, noch durch salpetersaures Silber getrübt werden (Schwefelsäure, Chlor).

Ammoniumnitrat (NH_4NO_3).

Weiße, leicht in Wasser lösliche Kristalle, welche, auf Platinblech erhitzt, ohne Rückstand sich verflüchtigen müssen. Mit Magnesiamischung und Ammoniak vermischt, ebenso mit Chlorbaryumlösung darf die wässerige Lösung sich nicht trüben (Phosphorsäure, Schwefelsäure).

Ammoniumoxalatlösung $[(NH_4)_2C_2O_4 + H_2O]$.

1 Tl. reines kristallisiertes Salz zu 25 Tln. Wasser. Die Lösung muß beim Verdampfen auf Platinblech sich vollständig verflüchtigen, darf, mit Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium versetzt, sich nicht trüben (Metalle) und nach Zusatz von wenig Salzsäure und Chlorbaryumlösung nach längerem Stehenlassen keine Veränderung zeigen (Schwefelsäure).

Ammoniumzitratlösung.

Zur Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure, S. 429. 150 g Zitronensäure werden in Wasser gelöst, mit 750 ccm Ammoniak von 0,941 spez. Gew. (15 Proz.) versetzt, und mit destilliertem Wasser auf 1500 ccm aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 100 ccm = 10 g Zitronensäure verwendet (Märckersche Lösung).

Barytwasser $[Ba(OH)_2]$.

1 Tl. reiner kristallisierter Ätzbaryt wird mit 20 Tln. heißem Wasser übergossen. Die Lösung muß schnell filtriert und nach dem Erkalten in gut verschlossener Flasche aufbewahrt werden.

Die mit Salpetersäure übersättigte Lösung soll durch salpetersaures Silber nicht getrübt (Chlor), die verdünnte salzsaure Lösung weder durch Schwefelwasserstoff noch durch Ammoniak oder Schwefelammonium dunkel gefärbt werden (Schwermetalle).

Bleiacetatlösung (neutral) $[Pb(C_2H_3O_2)_2]$.

Man löst 1 Tl. reines kristallisiertes Bleiacetat in 10 Tln. destillierten Wassers.

Bleiessig $[Pb(C_2H_3O_2)_2 + 2\,PbO]$.

600 g Bleizucker und 200 g Bleiglätte verreibt man mit 100 ccm destillierten Wassers, erhitzt auf dem Wasserbade bis die Mischung weiß oder rötlich weiß geworden, fügt unter Umrühren 1900 ccm Wasser hinzu und läßt in verschlossenem Gefäße sich absetzen. Die Lösung wird hierauf filtriert und in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Der Bleiessig muß gegen Lackmus eine stark alkalische Reaktion besitzen und ein spez. Gew. von 1,235 bis 1,24 (bei 17,5° C).

Bleipapier.

Man tränkt Streifen von ungeleimtem Papier mit einer Lösung von essigsaurem Blei (1 : 10), trocknet sie an einem vor Schwefelwasserstoff geschützten Orte und bewahrt sie in gut verschlossenen Gefäßen auf.

Brom (Br).

Eine dunkelrote Flüssigkeit, welche in etwa 30 Tln. Wasser löslich ist und, in einem Porzellanschälchen freiwillig verdunstet, keinen Rückstand hinterlassen soll. Versetzt man verdünntes Ammoniak mit einigen Gramm Brom, verdampft die Flüssigkeit im Wasserbade zur Trockne, so darf der in Wasser gelöste Salzrückstand nach Hinzufügen von etwas Salzsäure und Chlorbaryum keine Trübung von schwefelsaurem Baryum geben (Abwesenheit von Schwefel).

Bromwasser.

Käufliches Brom wird in einer Flasche mit kaltem, destilliertem Wasser übergossen und kurze Zeit geschüttelt; 1 Tl. Brom ist in ungefähr 30 Tln. Wasser zu einer dunkelgelben Flüssigkeit löslich.

Calciumnitrat, chemisch rein [$Ca(NO_3)_2$].

Weiße, wasserfreie, leicht in Wasser und Alkohol klarlösliche Kristallmasse. Das Salz zieht an der Luft Feuchtigkeit an und ist für Herstellung der Normalflüssigkeit (S. 450) vorsichtig bis zu beginnendem Schmelzen zu erhitzen.

Chlorammoniumlösung (NH_4Cl).

1 Tl. reines Chlorammonium (Salmiak) zu 8 Tln. Wasser. Die Lösung muß auf Lackmuspapier neutral reagieren, darf, auf Platinblech erhitzt, keinen Rückstand hinterlassen und, mit Salzsäure und Chlorbaryum versetzt, sich nicht trüben (Schwefelsäure).

Chlorbaryumlösung ($BaCl_2 + 2\,H_2O$).

1 Tl. käufliches, reines Chlorbaryum zu 10 Tln. Wasser. Die Lösung muß vollständig neutral reagieren; versetzt man dieselbe mit überschüssiger Schwefelsäure, so darf die vom schwefelsauren Baryum abfiltrierte Lösung beim Verdampfen keinen Rückstand hinterlassen.

Eisenchlorürlösung ($FeCl_2$).

(Zur Stickstoffbestimmung nach Schlösing-Grandeau.)

In einen etwa 2 Liter fassenden Kochkolben bringt man vorsichtig 200 g schmiedeeiserne, kleine Nägel und löst dieselben unter mäßigem Erwärmen in reiner Salzsäure, welche in kleinen Anteilen nach und nach hinzugefügt wird, auf. Man gebraucht 800 bis 900 ccm, filtriert die dunkelgrüne Lösung durch ein Faltenfilter und füllt mit Wasser zu 1000 ccm auf. Die fertige Lösung, welche sich an der Luft leicht oxydiert, wird in kleinen gut verschlossenen Gläsern aufbewahrt.

Eisenpulver (Ferrum hydrogenio reductum).
(Zur Bestimmung der Salpetersäure nach Ulsch.)

Graues, glanzloses, feines Pulver, welches mindestens 90 Proz. metallisches Eisen enthält. 10 g Ferrum reductum sollen sich in einem Gemisch von 20 ccm Schwefelsäure (1,84) und 200 ccm Wasser fast vollständig lösen.

Zu der Lösung fügt man 100 ccm Natronlauge (1,3) zu, destilliert 50 ccm ab und fängt das Destillat in einer Vorlage auf, die etwa 20 ccm Wasser und 2 bis 3 ccm $^1/_{10}$-Normalsäure enthält. Man titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange mit $^1/_{10}$-Normalkalilauge. Der Verbrauch an letzterer darf höchstens um 0,2 ccm geringer sein, als die Menge der vorgelegten Säure. (Abwesenheit von Stickstoff.)

Essigsäure ($C_2H_4O_2$).

In den meisten Fällen benutzt man eine Säure von 1,060 spez. Gew. (= 50 Proz. Essigsäure). Sie darf beim Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen und mit Chlorbaryum und salpetersaurem Silber keine Trübung geben (Schwefelsäure, Chlor).

Fehlingsche Kupferlösung [„F. I.“ (blau) und „F. II.“ (weiß)].

Wegen der geringen Haltbarkeit der fertig bereiteten Flüssigkeit hält man die Lösungen ihrer Bestandteile, welche für sich unveränderlich sind, getrennt vorrätig. Die eine („F. I.“) ist eine Lösung von schwefelsaurem Kupfer, die andere („F. II.“) enthält Ätznatron und weinsteinsaures Natriumkalium. (Seignette-Salz.)

Die genannten Verbindungen müssen chemisch rein sein.

a) Man übergießt zur Herstellung der letzteren („F. II.“) 173 g weinsteinsaures Natriumkalium mit 400 ccm destilliertem Wasser, bringt zu der filtrierten, klaren Lösung 50 g reines Ätznatron und füllt auf 500 ccm mit destilliertem Wasser auf. Lösung „F. I.“ erhält man durch Auflösung von 34,630 g Kupfervitriol (durch wiederholtes Umkristallisieren gereinigt und salpetersäurefrei) in 500 ccm Wasser. Unmittelbar vor dem Gebrauche mischt man gleiche Raumteile beider Flüssigkeiten in der benötigten Menge zusammen.

b) Nach den Zuckersteuerausführungsbestimmungen vom 18. Juni 1903, Anlage A:

Die Fehlingsche Lösung erhält man durch Zusammengießen gleicher Teile von Kupfervitriollösung (34,6 g reinen kristallisierten Kupfervitriol zu 500 ccm in Wasser gelöst) und Seignettesalz-Natronlauge. (173 g kristallisiertes Seignettesalz zu 400 ccm in Wasser gelöst, die Lösung vermischt mit 100 ccm reiner Natronlauge, welche 500 g Natronhydrat im Liter enthält.)

Ferrocyankalium (gelbes Blutlaugensalz) [$K_4Fe(CN)_6 + 3 H_2O$].

Zitronengelbe Kristalle, welche mit Wasser sich leicht zu einer vollkommen klaren Flüssigkeit lösen müssen. Sie darf, mit Chlorbaryum versetzt, keine Trübung geben (Schwefelsäure).

Jodkalium (KJ).

Die wässerige Lösung von reinem Jodkalium darf durch verdünnte Schwefelsäure und Stärkekleister nicht gebläut werden (jodsaures Kalium).

Jodzinkstärkelösung.

Man verreibt 4 g Stärkemehl in einem Mörser mit wenig Wasser und fügt die entstandene milchige Flüssigkeit unter Umrühren nach und nach zu einer zum Sieden erhitzten Lösung von 20 g reinem Zinkchlorid in 100 ccm destilliertem Wasser. Man kocht so lange, bis das Stärkemehl möglichst gelöst und die Flüssigkeit fast klar geworden ist. Nach dem Verdünnen mit destilliertem Wasser setzt man 2,0 g reines, trockenes Zinkjodid hinzu, füllt zu einem Liter auf und filtriert.

Die klare Flüssigkeit wird in kleinen, gut verschlossenen Flaschen im Dunkeln aufbewahrt.

Die mit dem fünfzigfachen Volum destillierten Wassers verdünnte Lösung darf beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure sich nicht blau färben.

Kalilauge zum Orsatschen Apparate.

Die zu diesem Zwecke benötigte Kalilauge von 1,26 bis 1,28 spez. Gew. erhält man durch Auflösen von 25 g Ätzkali zu 100 ccm Wasser.

Kalk, gebrannter (CaO).

Der frisch gebrannte Kalk (Ätzkalk) muß, mit Wasser übergossen, unter starkem Erhitzen sich schnell löschen, mit verdünnter Salzsäure behandelt, nicht aufbrausen (Kohlensäure). Mit wenig Wasser gelöscht, gibt er Kalkhydrat, ein trockenes, weißes Pulver. Ein dünnflüssiger Brei aus 100 g Ätzkalk und 100 ccm Wasser heißt Kalkmilch; Kalkwasser ist die über dem Kalkbrei stehende, klare Flüssigkeit. Soll das Kalkwasser möglichst frei von Alkalien sein, so entferne man die zwei oder drei ersten Aufgüsse, welche die leicht löslichen Alkalien enthalten, und benutze nur die folgenden.

Knochenkohle, extrahierte (Reinigungskohle).

Neue Knochenkohle bester Sorte wird in einem großen Gefäße mit Wasser und so viel Salzsäure übergossen, daß reichlich Säure im Über-

schuß. Nach längerem Stehen zieht man die saure Flüssigkeit von dem Bodensatz ab, wäscht denselben gründlich, zuletzt unter Zusatz von etwas Ammoniak aus, trocknet und glüht bei Luftabschluß.

Kupferchlorürlösung zum Orsatschen Apparate.

53 g Kupferchlorid und etwa 75 g Kupferblechschnitte werden mit 300 ccm konzentrierter Salzsäure übergossen und in einer verschlossenen Flasche unter häufigem Umschütteln etwa einen Tag lang stehen gelassen. Die entstandene Kupferchlorürlösung wird mit 150 ccm Wasser verdünnt und in gut verschlossenem Gefäße aufbewahrt.

Lackmustinktur.

Käufliches, fein zerriebenes Lackmus wird wiederholt mit 90proz. Alkohol in gelinder Wärme digeriert und abgegossen; den Rückstand läßt man mit heißem Wasser unter bisweiligem Umrühren 12 Stunden lang stehen, hebt die über dem Schlamme stehende blaue Flüssigkeit ab, setzt ihr verdünnte Schwefelsäure zu, bis die Lösung völlig rot erscheint, und fügt unter Erhitzen einen Überschuß von in Wasser aufgeschlämmtem kohlensaurem Baryum hinzu, so daß die ursprünglich blaue Färbung wieder eintritt. Dann läßt man längere Zeit absitzen, filtriert, fügt $^1/_3$ Volum Alkohol von 90 Vol.-Proz. hinzu und bewahrt in lose bedeckten Flaschen auf. (Bei völligem Luftabschluß tritt Zersetzung ein.)

Ein Tropfen einer sehr verdünnten Säure muß in der Lackmustinktur eine zwiebelrote, ein Tropfen sehr verdünnter Natronlauge eine blaue Färbung hervorrufen.

Lackmuspapier.

Durch Eintauchen von weißem, ungeleimtem Papier in die völlig neutrale (violette) Lackmustinktur erhält man sogenanntes neutrales Lackmuspapier, welches an einem vor Säure- und Ammoniakdämpfen geschützten Orte getrocknet wird. Zur Herstellung von rotem oder blauem Lackmuspapier versetzt man die neutrale Tinktur mit einigen Tropfen verdünnter Schwefelsäure bzw. Natronlauge und tränkt damit ungeleimtes Papier.

Magnesia, gebrannte (MgO).

Ein weißes, lockeres, sehr leichtes, in Wasser fast unlösliches Pulver. Es darf, mit Wasser zu einer Milch angerührt, auf Zusatz von Salzsäure nicht aufbrausen (Kohlensäure); die so dargestellte saure Lösung auf Zusatz von Chlorbaryum sich nicht trüben (Schwefelsäure).

Magnesiamischung.

a) Man übergießt 110 g kristalliertes, reines Chlormagnesium und 140 g Chlorammonium mit 700 ccm Ammoniakflüssigkeit von 0,925

spez. Gew. und bringt das Ganze mit Wasser auf 2 Liter Lösung, welche nach mehrtägigem Stehen filtriert wird.

b) Zur Analyse von Thomasmehl. 100 g Zitronensäure werden in 500 ccm Ammoniak vom spez. Gew. 0,925 (20 Proz.) gelöst und mit 500 ccm Magnesiamischung a versetzt (Kellner-Böttchersche Lösung).

Molybdänlösung.

(Ammoniummolybdatlösung.)

150 g reines, molybdänsaures Ammonium werden in einer Literflasche mit destilliertem Wasser übergossen und unter Erwärmen gelöst. Die Lösung wird mit 400 g Ammoniumnitrat versetzt, bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt, in 1 Liter konzentrierte reine Salpetersäure von 1,2 spez. Gew. (nicht umgekehrt die Säure in die Molybdänlösung) schnell eingegossen und nach mehrtägigem Stehen bei 50° C filtriert. Die Lösung darf beim Erwärmen auf 40 bis 50° C keine Ausscheidung geben. Zur völligen Ausfällung von 0,1 g Phosphorsäure sind 80 bis 100 ccm derselben erforderlich.

Natriumkarbonat, Soda (Na_2CO_3).

Ein weißes, trockenes Pulver, klar in Wasser löslich. Seine Lösung darf, mit Salpetersäure übersättigt, weder durch salpetersaures Silber noch durch Chlorbaryumlösung getrübt werden (Chlor, Schwefelsäure), noch beim Erwärmen mit Molybdänsäurelösung eine gelbe Trübung geben (Phosphorsäure). Mit Salzsäure übersättigt und zur Trockne verdampft, darf es beim Behandeln mit Wasser keinen unlöslichen Rückstand hinterlassen (Kieselsäure).

Natriumkarbonatlösung.

30 Tle. reiner, kristallisierter Soda zu 100 Tln. Wasser gelöst.

Natriumhyposulfitlösung ($Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O$).

1 Tl. reines, unterschwefligsaures Natrium zu 8 Tln. Wasser.

Natriumnitrat ($NaNO_3$).

Farblose, klare, in Wasser lösliche Kristalle, welche an der Luft Feuchtigkeit anziehen. Die wässerige Lösung darf auf Zusatz von oxalsaurem Ammon, salpetersaurem Silber und Chlorbaryum sich nicht trüben (Kalk, Chlor, Schwefelsäure).

Natriumphosphatlösung ($Na_2HPO_4 + 12\,H_2O$).

1 Tl. des reinen käuflichen Salzes zu 10 Tln. Wasser.

Die mit Ammoniak versetzte Lösung darf beim Erwärmen keine Trübung geben, und die in der Lösung durch salpetersaures Silber und

Chlorbaryum erzeugten Niederschläge müssen auf Zusatz von Salpetersäure vollständig ohne Aufbrausen verschwinden.

Natronlauge für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

500 g reines, salpetersäurefreies Ätznatron werden mit 1 Liter destillierten Wassers übergossen, die Lösung wird in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Oxalsäure ($C_2H_2O_4 + 2\,H_2O$).

Die kristallisierte Oxalsäure ($C_2H_2O_4 + 2\,H_2O$) kann, weil nicht hygroskopisch, leicht und sicher zu Normallösungen abgewogen werden. Man stellt die reine Säure durch Umkristallisieren der käuflichen Oxalsäure dar, indem man diese mit einer zur Lösung nicht ganz ausreichenden Menge heißen Wassers unter Zusatz von wenig Salzsäure übergießt, die Lösung filtriert und unter Umrühren erkalten läßt. Die ausgeschiedenen Kristalle sammelt man auf einem Trichter, wäscht mit wenig Wasser und wiederholt das Umkristallisieren ohne Zusatz von Salzsäure. Dann filtriert man, wäscht wieder mit wenig Wasser und trocknet zwischen Filtrierpapier 12 Stunden lang.

Die trockenen Kristalle sind in gut geschlossenen Gefäßen aufzubewahren.

Die Oxalsäure soll, auf Platinblech erhitzt, sich verflüchtigen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen.

Die mit Natronlauge neutralisierte Lösung darf auf Zusatz von Neßlers Reagens keine gelbe Färbung zeigen (Ammoniak).

Phenolphtaleïnlösung.

1 Tl. chemisch reines Phenolphtaleïn zu 100 Tln. Alkohol von 90 Proz.

Eine konzentrierte Lösung 1 : 30 wird zur Alkalitätsprüfung bei Rohzucker gebraucht.

Phenolschwefelsäure.

(Zur Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl-Jodlbauer.)

20 g reines Phenol (kristallisierte Karbolsäure) werden in reiner, konzentrierter Schwefelsäure, 1,842 spez. Gew. = 66° Bé, gelöst.

Phosphorsäureanhydrid (P_2O_5).

Schneeweiße, geruchlose Flocken, welche im Reagenzrohr vollständig sublimieren. Löst sich in kaltem Wasser unter Zischen. Gelbliche Färbung deutet auf beigemengten roten Phosphor. Zieht mit großer Begierde Feuchtigkeit an und zerfließt zu Metaphosphorsäure.

Platinchlorid ($PtCl_4 + 2 HCl + 6 H_2O$).

Eine rotgelbe, trockene, kristallinische Masse (eigentlich Wasserstoffplatinchlorid), welche mit Wasser eine tiefgefärbte, rein gelbe Lösung gibt.

Durch Auflösung von 26,6 g zu 100 ccm erhält man eine Flüssigkeit, von welcher 10 ccm = 1 g Platina entsprechen. Die filtrierte Lösung muß, auf dem Wasserbade verdampft, einen in absoluten Alkohol vollkommen klar löslichen Rückstand hinterlassen.

Pyrogallussäurelösung zum Orsatschen Apparate.

27,0 g Pyrogallussäure werden in 60 ccm heißem Wasser gelöst; die filtrierte und erkaltete Lösung wird mit 105 ccm Kalilauge von 1,26 bis 1,28 spez. Gew. vermischt.

Quecksilberkaliumjodidlösung oder Neßlersches Reagens ($HgJ_2 2 KJ + n KOH$).

Man löst 4,0 g Jodkalium in 10 ccm Wasser, zu welchem man unter Erwärmen so viel zerriebenes, rotes Quecksilberjodid hinzufügt, daß zuletzt noch etwas desselben ungelöst bleibt. Nach dem Erkalten der Lösung verdünnt man mit 40 ccm Wasser, filtriert und setzt 75 ccm Kalilauge (1 Tl. Ätzkali und 2 Tle. Wasser) hinzu. Die so hergestellte alkalische Lösung bleibt in einem bedeckten Zylinder 24 bis 48 Stunden stehen; die vorsichtig abzugießende Lösung muß in wohl verschlossenen Flaschen aufbewahrt werden.

Rohrzucker, chemisch reiner ($C_{12}H_{22}O_{11}$).

Reinster käuflicher Zucker wird in folgender Weise weiter gereinigt: Man stellt sich eine heiß gesättigte, wässerige Lösung her und fällt den Zucker mit absolutem Äthylalkohol, schleudert den Zucker in einer kleinen Zentrifuge sorgfältig ab und wäscht ihn in derselben mit etwas Alkohol nach. Der so gewonnene Zucker wird wieder bis zur Sättigung in Wasser gelöst, mit Alkohol gefällt, abgeschleudert und wie oben nachgewaschen. Das Produkt der zweiten Schleuderung wird zwischen Fließpapier getrocknet und in Glasgefäßen für den Gebrauch aufbewahrt. Die im Zucker noch enthaltene Feuchtigkeit wird ermittelt und beim Abwiegen des bei der Benutzung aufzulösenden Zuckers in Anrechnung gebracht [1]).

Rosolsäurelösung (Corallin).

1 Tl. Rosolsäure oder Corallin zu 100 Tln. Alkohol von 90 Proz.

---

[1]) Protokoll d. III. Vers. der international. Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen. Paris, 24. Juli 1900. (Zeitschrift 1900, S. 360.)

Salpetersäure (HNO_3).

Die reine Salpetersäure des Handels hat ein spez. Gew. von 1,200 und enthält 32 bis 33 Proz. Salpetersäure. Sie muß farblos sein und darf nach dem Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen. Die stark mit destilliertem Wasser verdünnte Säure darf auf Zusatz von Silbernitrat- und Chlorbaryumlösung sich nicht trüben (Chlor und Schwefelsäure).

Salzsäure (HCl).

Die chemisch reine Salzsäure für Analysen kommt in Konzentrationen von 1,124 und 1,190 spez. Gew. in den Handel. Sie soll farblos sein und beim Abdampfen nicht gelb werden (Eisen). In der mit destilliertem Wasser verdünnten Säure darf Chlorbaryumlösung keinen Niederschlag erzeugen (Schwefelsäure); sie darf Jodkaliumstärkekleister nicht bläuen (Chlor, auch Eisenchlorid), eine durch Jodstärke schwach blau gefärbte Flüssigkeit nicht entfärben (schweflige Säure), und beim Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen. Prüfung auf Arsen s. S. 376.

Auf S. 375 befindet sich eine Tabelle über den Gehalt der Salzsäure an Chlorwasserstoffgas bei verschiedenen spezifischen Gewichten.

Schwefelkaliumlösung (K_2S) für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

40 g reines Schwefelkalium und 5,0 g Ätzkali werden mit destilliertem Wasser zu 1000 ccm gelöst.

Schwefelsäure, konzentrierte (H_2SO_4).

Reine Schwefelsäure von 1,830 spez. Gew. muß farblos sein und beim Erhitzen ohne Hinterlassung eines Rückstandes sich verflüchtigen. In einem Reagenzröhrchen mit Eisenvitriollösung vorsichtig überschichtet, darf sie an der Berührungsschicht keine braune Schicht zeigen (Salpetersäure). Sie muß mit reinem Zink und Wasser Wasserstoffgas liefern, welches beim Durchleiten durch ein glühendes Glasrohr keinen Anflug von Arsen gibt. Mit 4 bis 5 Tln. Weingeist vermischt, muß sie vollkommen klar bleiben (Bleioxyd, Eisenoxyd, Kalk).

Schwefelsäure, verdünnte.

Man vermischt 1 Raumteil konzentrierte, reine Schwefelsäure mit 3 Raumteilen Wasser in der Weise, daß die Säure in das Wasser — nicht umgekehrt — in einem sehr dünnen Strahle unter Umrühren oder Umschwenken eingegossen wird.

Schwefelwasserstoffwasser (H_2S).

Man übergießt in einem Gasentwickelungsapparate Schwefeleisen mit verdünnter, reiner, arsenfreier Schwefelsäure; das sich entwickelnde Schwefelwasserstoffgas wird durch Wasser gewaschen, um es von mitgerissener Schwefelsäure zu befreien, und in eine zur Hälfte mit kaltem, destilliertem Wasser gefüllte Flasche geleitet. Man schüttelt von Zeit zu Zeit tüchtig, indem man die Flasche mit der Hand verschließt, bis das Wasser vollständig mit Schwefelwasserstoffgas gesättigt ist. Man erkennt den Punkt des Gesättigtseins, wenn bei kräftigem Schütteln die Hand nicht mehr angesogen wird. Das Schwefelwasserstoffwasser ist wenig haltbar und muß in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt werden.

Silbernitratlösung ($AgNO_3$).

1 Tl. reines, geschmolzenes, salpetersaures Silber zu 20 Tln. Wasser. Die Lösung soll neutral reagieren, nach dem Versetzen derselben mit überschüssiger Salzsäure darf die von dem Chlorsilber abfiltrierte Flüssigkeit beim Verdampfen keinen Rückstand hinterlassen.

Soldainis Kupferlösung.

(Nach Bodenbender und Scheller, Zeitschrift 1887, S. 147.)

Man löst 40 g Kupfervitriol in Wasser, fällt durch eine Lösung von 40 g kristallisierten Natriumkarbonats das Kupfer als basisches Salz aus, filtriert und wäscht den Niederschlag bis zum Verschwinden der Schwefelsäurereaktion. Das Kupferkarbonat trägt man in eine konzentrierte heiße Lösung von 416 g Kaliumbikarbonat in kleinen Anteilen ein, digeriert 10 Minuten auf dem Dampfbade, bringt die ganze Flüssigkeit in einen passenden Kolben auf 1400 ccm, erhitzt 2 Stunden auf dem Wasserbade und filtriert die Lösung vom ungelöst gebliebenen Karbonat ab. Spez. Gew. etwa 1,18.

Tonerdehydrat [$Al(OH)_3$].

Käufliches Aluminiumchlorid wird mit der 100fachen Menge Wasser verdünnt und mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Das ausgeschiedene Tonerdehydrat wird durch wiederholtes Absetzenlassen mit reinem Wasser ausgewaschen, bis die Flüssigkeit nicht mehr alkalisch reagiert. Nach längerem Absitzen zieht man mittels eines Hebers die obenstehende klare Flüssigkeit tunlichst ab und bewahrt das in Wasser aufgeschwemmte Tonerdehydrat als dickflüssigen Brei auf.

Wasser, destilliertes (H_2O).

Man bereitet dasselbe durch Destillation, d. h. durch Wiederverdichtung von Wasserdämpfen mittels einer Kühlvorrichtung. In den Fabriken kann man Kesseldampf benutzen, der in geeigneter Weise mit einem Kühlapparate in Verbindung gebracht wird.

Das destillierte Wasser soll farb-, geruch- und geschmacklos sein, beim Verdampfen nicht den geringsten Rückstand hinterlassen, und weder mit salpetersaurem Silber (Chlor), noch mit Chlorbaryum (Schwefelsäure) eine Trübung geben. Mit Neßlers Reagens vermischt, darf keine Gelbfärbung (Ammoniak), durch Zusatz von Bleiessig oder Kalkwasser keine Trübung entstehen (Kohlensäure).

Zinkstaub.

Ein graues Pulver von höchst fein zerteiltem Zink mit 5 bis 10 Proz. Zinkoxydul vermischt. Man wäscht es wiederholt mit destilliertem Wasser aus und trocknet scharf. Es dient für die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Zinnchlorür ($SnCl_2 + 2H_2O$).

Farblose, in Wasser leicht lösliche Kristalle. Die Lösung desselben dient als Indikator bei der maßanalytischen Bestimmung des Zuckers mittels Quecksilberlösung. Man versetzt zu diesem Zwecke die Lösung (1 : 10) mit Natronlauge, bis der anfänglich entstandene Niederschlag sich wieder auflöst. Ihre Wirkung beruht auf kräftiger Reduktion.

2. Normalflüssigkeiten und titrierte Lösungen.

Ätzbarytlösung.

250 g kristallisiertes Barythydrat übergießt man mit 3 bis 4 Liter kochenden Wassers, filtriert die heiße Lösung rasch durch ein großes Faltenfilter in eine 10 bis 12 Liter haltende Flasche und verdünnt nach dem Erkalten mit Wasser bis zu einer vorher angebrachten, 10 Liter anzeigenden Marke. Tunlichste Beschleunigung ist notwendig, da sich sonst infolge von Anziehung der Kohlensäure aus der Luft die Flüssigkeit durch Bildung von kohlensaurem Baryum trübt. Nachdem die Flüssigkeit durch Schütteln gut gemischt, verbindet man die Flasche behufs Aufbewahrung und Benutzung in der Fig. 123, S. 363 angegebenen Weise mit der Bürette, läßt abkühlen und das entstandene kohlensaure Baryum sich absetzen[1]).

Bei der Titerstellung derselben verdünnt man 100 ccm Normalschwefelsäure mit destilliertem Wasser zu einem Liter, mischt gut und bringt genau 100 ccm (entsprechend 10 ccm Normalschwefelsäure) in eine Porzellanschale mit ebenso viel Wasser, setzt etwas Lackmustinktur hinzu und läßt aus der beschriebenen Bürette so lange Barytlösung zufließen, bis die rote Farbe eben in Blau übergeht.

---

[1]) Die Herstellung einer Normalbarytlösung ist untunlich, weil bei der Auflösung des Ätzbaryts das ausfallende kohlensaure Baryum den Gehalt der Lösung stets vermindert.

Diese Endreaktion ist gerade bei Anwendung von Barytlösung sehr scharf, da das sich ausscheidende schwefelsaure Baryum als ein weißer Untergrund die Farbenveränderung vorzüglich erkennen läßt.

Bei der Titrierung von Ammoniak ist Phenolphtaleïn als Indikator nicht anwendbar.

Zur Feststellung einer endgültigen Zahl wiederholt man das Titrieren verschiedene Male und zieht davon das arithmetische Mittel.

Hätten z. B. 10 ccm Normalschwefelsäure im Mittel von vier Bestimmungen 66,6 ccm Barytlösung zur Neutralisation erfordert, so würde 1 ccm Barytlösung $\frac{10}{66,6} = 0,15$ ccm Normalschwefelsäure genau neutralisieren.

Chlorammoniumlösung.

(Zur kalorimetrischen Bestimmung des Ammoniaks in Wasser.)

Man löst 3,141 g reines, trockenes Chlorammonium mit destilliertem Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit. 1,0 ccm dieser Lösung entspricht 1 mg Ammoniak. 50 ccm derselben zu 1000 ccm verdünnt, geben eine Lösung, von welcher 1,0 ccm = 0,05 mg oder 0,00005 g Ammoniak.

Chlorbaryumlösung.

1. Zum Einstellen von Seifenlösung für Wasseranalyse. Man löst 0,537 g kristallisiertes, reines, trockenes Chlorbaryum ($BaCl_2 + 2 H_2O$) mit destilliertem Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit. 100 ccm dieser Lösung entsprechen 22 mg Calciumkarbonat.

2. Zum Einstellen von Seifenlösung für Bestimmung des Kalkgehalts in Zuckersäften. Man löst 0,436 g kristallisiertes, reines, trockenes Chlorbaryum mit destilliertem Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit. 40 ccm dieser Lösung entsprechen 0,004 g Calciumoxyd.

Indigolösung.

Einige Gramm käuflichen, reinen Indigokarmins werden in Wasser unter Zusatz von etwas konzentrierter, reiner Schwefelsäure gelöst.

Einen Teil dieser konzentrierten Indigolösung verdünnt man mit Wasser so weit, bis sie anfängt, in 12 bis 15 mm dicken Schichten durchsichtig zu werden.

Die Titerstellung dieser Lösung geschieht nach S. 312.

Kaliumnitratlösung zur Titerstellung der Indigolösung.

Man löst 0,1872 g reines, getrocknetes, salpetersaures Kalium in 1 Liter destillierten Wassers; 10 ccm dieser Lösung enthalten 0,001 g Salpetersäureanhydrid.

Kaliumpermanganatlösung (Chamäleonlösung) zur Bestimmung der organischen Stoffe im Wassser.

Man löst 0,32 bis 0,34 g reines, kristallisiertes, übermangansaures Kalium in 1000 ccm Wasser. Die Titerstellung dieser Lösung ist S. 308 angegeben.

Natriumnitratlösung.

(Zur Stickstoffbestimmung nach Schlösing-Grandeau.)

Chemisch reines, salpetersaures Natrium wird über einer kleinen Flamme in einer Porzellan- oder Platinschale bis zum beginnenden Schmelzen erhitzt und dadurch wasserfrei erhalten. Nach dem Erkalten zerreibt man das Salz in einem trockenen Mörser und löst 66,0 g zu 1 Liter (33,0 g zu 500 ccm).

Normalnatronlauge.

1000 cm = 40,008 g NaOH.

Käufliche, reine Natronlauge von 1,13 bis 1,15 spez. Gew. wird mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt und genau auf Normalschwefelsäure eingestellt. Man mißt 10,0 ccm der letzteren in eine Porzellanschale ab[1]), verdünnt mit etwas Wasser, setzt etwas Lackmustinktur oder Phenolphtaleïnlösung hinzu und fügt von der in einer Bürette befindlichen Natronlauge so lange tropfenweise hinzu, bis die bekannte Farbenveränderung eintritt. Sind hierbei z. B. 6,8 ccm der Natronlauge gebraucht worden, so müssen 6,8 ccm derselben zu 10 ccm oder 680 ccm zu 1000 ccm Flüssigkeit verdünnt werden, um eine der Normalschwefelsäure gleichwertige Normalnatronlauge zu erhalten. Eine mehrfach wiederholte Kontrolle des Gehalts der fertigen Normalflüssigkeit durch nochmaliges Titrieren ist notwendig.

Normalsalpetersäure.

1000 ccm = 63,018 g HNO_3.

Man stellt eine mit Wasser verdünnte Salpetersäure (etwa 200 ccm konzentrierte Salpetersäure von 1,2 spez. Gew. auf 1 Liter Wasser) auf Normalnatronlauge so ein, daß zur Sättigung beider genau gleiche Raumteile verbraucht werden. Es werden zu dem Zwecke 25 ccm Normalnatronlauge in einer Porzellanschale mit etwa 50 ccm Wasser verdünnt, einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzugefügt und nun aus einer Bürette von der verdünnten Salpetersäure hinzugefügt, bis die rote Farbe der Flüssigkeit eben verschwindet. Hat man bei verschiedenen Versuchen festgestellt, daß z. B. 21,6 ccm Salpetersäure zur

[1]) Am richtigsten auf die Weise, daß man 100,0 ccm Normalschwefelsäure zu 1000 ccm verdünnt und hiervon 100 ccm (= 10,0 ccm Säure) verwendet.

Neutralisation von 25 ccm Normalnatronlauge erforderlich sind, so müssen demzufolge 21,6 ccm Säure auf 25 ccm, also noch mit 3,4 ccm Wasser verdünnt werden. Ist in diesem Verhältnis die ganze Menge der verdünnten Salpetersäure mit Wasser vermischt — man würde zu je 1000 ccm Säure, nach dem Ansatz 21,6 : 3,4 = 1000 : x, x = 157,4 ccm Wasser zusetzen müssen —, so überzeugt man sich durch Wiederholung des Sättigungsversuches, ob von beiden genau gleiche Mengen gebraucht werden.

Normalsalzsäure.

1000 ccm = 36,468 g HCl.

Man verdünnt etwa 200 ccm reine Salzsäure von 1,10 spez. Gew. mit Wasser auf 1000 ccm und verfährt im übrigen genau wie bei Herstellung der Normalsalpetersäure.

Normalschwefelsäure.

1000 ccm = 40,035 g SO_3 oder 49,043 g H_2SO_4.

Man gießt unter fortwährendem Umrühren etwa einen Raumteil konzentrierte Schwefelsäure in 15 gleiche Teile Wasser, und bestimmt nach dem völligen Erkalten des Gemisches dessen Gehalt an Schwefelsäure gewichtsanalytisch in bekannter Weise.

Man verdünnt dazu 100 ccm mit destilliertem Wasser zu 1 Liter und bestimmt in 100 ccm dieser verdünnten Säure (entsprechend 10 ccm des ursprünglichen Gemisches) wiederholt, mindestens drei- bis viermal, um ein völlig richtiges Durchschnittsresultat zu erlangen, den Gehalt an Schwefelsäure mittels Chlorbaryum. Dem gefundenen Gehalt an Schwefelsäure entsprechend, setzt man dann zu der dargestellten Mischung noch so viel Wasser, daß 10 ccm = 0,4003 g Schwefelsäureanhydrid enthalten.

Geben z. B. 10 ccm der ursprünglichen Säuremischung im Mittel von drei Bestimmungen 2,3098 g schwefelsaures Baryum, so enthalten sie 2,3098 × 0,3430 = 0,7922 g Schwefelsäureanhydrid. Es müssen demzufolge 10 ccm der verdünnten Säure nach dem Ansatze:

$$0{,}4003 : 0{,}7922 = 10{,}0 : x,$$
$$x = 19{,}79,$$

zu 19,79 ccm mit destilliertem Wasser verdünnt werden, oder es müssen zu 10 ccm noch 9,79 ccm Wasser hinzugefügt werden, um Normalschwefelsäure daraus herzustellen. Dementsprechend würde man 1000 ccm der Mischung mit 979 ccm Wasser zu verdünnen haben, um den gewünschten Gehalt: 1,0 ccm = 0,04008 Schwefelsäure zu erhalten.

Nachdem man durch nochmalige genaue gewichtsanalytische Bestimmung sich von der Richtigkeit der hergestellten Normalschwefelsäure überzeugt hat, bewahrt man sie in gut verschlossenen Flaschen auf.

Zehntelnormale Schwefelsäure.

1000 ccm = 4,0035 g SO_3.

Man stellt sie durch Verdünnen der Normalschwefelsäure mit Wasser her, indem man mittels einer Pipette 100 ccm derselben in einen Literkolben abmißt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und durch Schütteln gut mischt.

1 ccm derselben entspricht 0,004 g Schwefelsäureanhydrid oder 0,0028 g Kalk (Ca O) oder 0,0047 g Kali (K_2O).

Oxalsäurelösung, hundertstelnormale.

1000 ccm = 0,6302 g $H_2C_2O_4 + 2\,H_2O$.

Man löst 0,6302 g reine, kristallisierte Oxalsäure in 1 Liter Wasser (0,315 zu 500 ccm).

10 ccm dieser Lösung enthalten 0,0063 g Oxalsäure, welche 0,00316 g übermangansaures Kalium bedürfen, um zersetzt — durch Abgabe von Sauerstoff seitens des übermangansauren Kaliums oxydiert — zu werden.

Schwefelleberlösung.

(Zur Bestimmung des Ammoniaks im Wasser.)

Ein Gemisch von 5,0 g calcinierter Soda, 5,0 g trockenem, kohlensaurem Kalium und 4,0 g Schwefelpulver wird in einem bedeckten Porzellantiegel bis zu ruhigem Fließen geschmolzen. Die erhaltene Schmelze wird nach dem Erkalten unter Zusatz von 10 g trockenem Ätznatron in Wasser gelöst, zu 1 Liter Flüssigkeit verdünnt und die filtrierte Lösung in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Behufs Titerstellung derselben bereitet man eine Lösung von 6,780 g reinem, trockenem Quecksilberchlorid in 1 Liter Wasser. 20 ccm derselben enthalten 0,1356 g Quecksilberchlorid und entsprechen 0,100 g Quecksilber.

Man vermischt 20 ccm dieser Lösung mit etwa 15 ccm einer Lösung von 1 Tl. unterschwefligsaurem Natrium (Natriumhyposulfit) zu 8 Tln. Wasser und läßt aus einer Bürette unter Umrühren so lange von der Schwefelleberlösung zufließen, bis ein herausgenommener Tropfen, auf Bleipapier gebracht, einen bräunlichen Ring erzeugt.

Die verbrauchten Kubikzentimeter entsprechen dem in 20 ccm enthaltenen 0,1356 g Quecksilberchlorid = 0,100 g Quecksilber.

Seifelösung.

20,0 g Ätzkali werden in etwa 25 ccm Wasser gelöst und mit 200 ccm starkem Alkohol versetzt. Dann fügt man etwa 100 ccm bestes Olivenöl hinzu, erwärmt das Gemisch im Wasserbade in einem mit

Kühlrohr versehenen Kolben, bis völlige Verseifung eingetreten, welche man daran erkennt, daß einige Tropfen der klaren Lösung, mit Wasser vermischt, keine Trübung mehr hervorrufen.

Die erhaltene Lösung gießt man in etwa 3 Liter Wasser, welche sich in einer geräumigen Schale befinden, und setzt so lange unter Umrühren Chlorcalciumlösung zu, als noch ein körniger Niederschlag von Kalkseife entsteht.

Diesen wäscht man durch Aufrühren mit Wasser sorgfältig aus, seiht ihn durch ein Tuch, preßt das anhängende Wasser durch gelinden Druck tunlichst ab, verreibt ihn in einer Reibschale mit etwa 40 Tln. kohlensaurem Kalium, zieht das Gemisch mit 96proz. Alkohol in einem mit Kühlrohr versehenen Kolben auf heißem Wasserbade wiederholt aus, mischt die Auszüge und filtriert [1]).

Die so erhaltene alkoholische Lösung von Kaliseife verdünnt und stellt man nach S. 204 u. f. für die Bestimmung des Gesamtgehalts an Kalk in Zuckersäften, nach S. 317 u. f. für die Härtebestimmung im Wasser dar.

Silberlösung, zehntelnormale.

$$1000\,\text{ccm} = 16{,}989\,\text{g}\ AgNO_3.$$

Man löse 16,989 g reines, geschmolzenes, salpetersaures Silber in 1000 ccm reinem, destilliertem Wasser; 1 ccm der Lösung entspricht 0,003546 g Chlor oder 0,005846 g Chlornatrium.

Quecksilberlösung nach Sachsse.

Man löst in einem Halbliterkolben 9 g chemisch reines, trockenes Quecksilberjodid, 12,5 g Jodkalium und 40 g festes Ätzkali in Wasser und füllt bis zur Marke auf. Die Lösung dient zu der Bestimmung von Dextrose neben anderen reduzierenden Zuckerarten nach S. 485.

---

[1]) Müller, Deutsche Zuckerindustrie 1894, Nr. 40, 13009.

III.

TABELLEN.

Tabelle XX.

Internationale Atomgewichte (1910).

O = 16,00 (H = 1,008).

Element	Symbol	Atomgewicht	Element	Symbol	Atomgewicht
Aluminium	Al	27,1	Nickel	Ni	58,68
Antimon	Sb	120,2	Niobium	Nb	93,5
Argon	A	39,9	Osmium	Os	190,9
Arsen	As	74,96	Palladium	Pd	106,7
Baryum	Ba	137,37	Phosphor	P	31,0
Beryllium	Be	9,1	Platin	Pt	195,0
Blei	Pb	207,10	Praseodym	Pr	140,6
Bor	B	11,0	Quecksilber	Hg	200,0
Brom	Br	79,92	Radium	Rd	226,4
Cäsium	Cs	132,81	Rhodium	Rh	102,9
Calcium	Ca	40,09	Rubidium	Rb	85,45
Cerium	Ce	140,25	Ruthenium	Ru	101,7
Chlor	Cl	35,46	Samarium	Sa	150,4
Chrom	Cr	52,0	Sauerstoff	O	16,00
Eisen	Fe	55,85	Scandium	Sc	44,1
Erbium	Er	167,4	Schwefel	S	32,07
Fluor	F	19,0	Selen	Se	79,2
Gadolinium	Gd	157,3	Silber	Ag	107,88
Gallium	Ga	69,9	Silicium	Si	28,3
Germanium	Ge	72,7	Stickstoff	N	14,01
Gold	Au	197,2	Strontium	Sr	87,62
Helium	He	4,0	Tantal	Ta	181
Indium	In	114,8	Terbium	Tb	159,2
Iridium	Ir	193,1	Tellur	Te	127,5
Jod	J	126,92	Thallium	Tl	204,0
Kadmium	Cd	112,40	Thorium	Th	232,42
Kalium	K	39,10	Thulium	Tu	168,5
Kobalt	Co	58,97	Titan	Ti	48,1
Kohlenstoff	C	12,00	Uran	U	238,5
Krypton	Kr	83,0	Vanadin	V	51,2
Kupfer	Cu	63,57	Wasserstoff	H	1,008
Lanthan	La	139,0	Wismut	Bi	208,0
Lithium	Li	7,00	Wolfram	W	184,0
Magnesium	Mg	24,32	Xenon	X	130,7
Mangan	Mn	54,93	Ytterbium	Yb	172,0
Molybdän	Mo	96,0	Yttrium	Y	89,0
Natrium	Na	23,00	Zink	Zn	65,37
Neodym	Nd	144,3	Zinn	Sn	119,0
Neon	Ne	20,0	Zirkonium	Zr	90,6

Tabelle XXI.

Vergleichung der Thermometerskala von Celsius mit denen von Réaumur und Fahrenheit.

Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Celsius	Réaumur	Fahrenheit
+ 100	+ 80	+ 212	+ 53	+ 42,4	+ 127,4	+ 6	+ 4,8	+ 42,8
99	79,2	210,2	52	41,6	125,6	5	4	41
98	78,4	208,4	51	40,8	123,8	4	3,2	39,2
97	77,6	206,4	50	40	122	3	2,4	37,4
96	76,8	204,8	49	39,2	120,2	2	1,6	35,6
95	76	203	48	38,4	118,4	1	0,8	33,8
94	75,2	201,2	47	37,6	116,6	0	0	32
93	74,4	199,4	46	36,8	114,8	— 1	— 0,8	30,2
92	73,6	197,6	45	36	113	2	1,6	28,4
91	72,8	195,8	44	35,2	111,2	3	2,4	26,6
90	72	194	43	34,4	109,4	4	3,2	24,8
89	71,2	192,2	42	33,6	107,6	5	4	23
88	70,4	190,4	41	32,8	105,8	6	4,8	21,2
87	69,6	188,6	40	32	104	7	5,6	19,4
86	68,8	186,8	39	31,2	102,2	8	6,4	17,6
85	68	185	38	30,4	100,4	9	7,2	15,8
84	67,2	183,2	37	29,6	98,6	10	8	14
83	66,4	181,4	36	28,8	96,8	11	8,8	12,2
82	65,6	179,6	35	28	95	12	9,6	10,4
81	64,8	177,8	34	27,2	93,2	13	10,4	8,6
80	64	176	33	26,4	91,4	14	11,2	6,8
79	63,2	174,2	32	25,6	89,6	15	12	5
78	62,4	172,4	31	24,8	87,8	16	12,8	3,2
77	61,6	170,6	30	24	86	17	13,6	1,4
76	60,8	168,8	29	23,2	84,2	18	14,4	0,4
75	60	167	28	22,4	82,4	19	15,2	— 2,2
74	59,2	165,2	27	21,6	80,6	20	16	4
73	58,4	163,4	26	20,8	78,8	21	16,8	5,8
72	57,6	161,6	25	20	77	22	17,6	7,6
71	56,8	159,8	24	19,2	75,2	23	18,4	9,4
70	56	158	23	18,4	73,4	24	19,2	11,2
69	55,2	156,2	22	17,6	71,6	25	20	13
68	54,4	154,4	21	16,8	69,8	26	20,8	14,8
67	53,6	152,6	20	16	68	27	21,6	16,6
66	52,8	150,8	19	15,2	66,2	28	22,4	18,4
65	52	149	18	14,4	64,4	29	23,2	20,2
64	51,2	147,2	17	13,6	62,6	30	24	22
63	50,4	145,4	16	12,8	60,8	31	24,8	23,8
62	49,6	143,6	15	12	59	32	25,6	25,6
61	48,8	141,8	14	11,2	57,2	33	26,4	27,4
60	48	140	13	10,4	55,4	34	27,2	29,2
59	47,2	138,2	12	9,6	53,6	35	28	31
58	46,4	136,4	11	8,8	51,8	36	28,8	32,8
57	45,6	134,6	10	8	50	37	29,6	34,6
56	44,8	132,8	9	7,2	48,2	38	30,4	36,4
55	44	131	8	6,4	46,4	39	31,2	38,2
54	43,2	129,2	7	5,6	44,6	40	32	40

Tabelle XXII.

Zur Ermittelung der Gewichtsprozente Alkohol aus dem spezifischen Gewichte bei 15,0° C.

Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0 C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol
0,9981	1	0,9672	23,5	0,9367	41,5	0,8972	59,5
63	2	65	24,0	57	42,0	60	60,0
45	3	58	24,5	47	42,5	49	60,5
28	4	51	25,0	36	43,0	37	61,0
12	5	44	25,5	26	43,5	26	61,5
0,9896	6	37	26,0	16	44,0	14	62,0
81	7	30	26,5	05	44,5	02	62,5
66	8	23	27,0	0,9295	45,0	0,8891	63,0
52	9	15	27,5	84	45,5	79	63,5
39	10	08	28,0	73	46,0	68	64,0
33	10,5	00	28,5	63	46,5	56	64,5
26	11,0	0,9593	29,0	52	47,0	44	65,0
20	11,5	85	29,5	41	47,5	39	65,2
13	12,0	77	30,0	30	48,0	35	65,4
07	12,5	69	30,5	19	48,5	30	65,6
01	13,0	61	31,0	08	49,0	25	65,8
0,9795	13,5	53	31,5	0,9197	49,5	21	66,0
89	14,0	44	32,0	86	50,0	16	66,2
83	14,5	36	32,5	75	50,5	12	66,4
76	15,0	27	33,0	64	51,0	07	66,6
71	15,5	19	33,5	53	51,5	02	66,8
64	16,0	10	34,0	42	52,0	0,8797	67,0
59	16,5	01	34,5	31	52,5	93	67,2
52	17,0	0,9492	35,0	20	53,0	88	67,4
47	17,5	83	35,5	09	53,5	83	67,6
41	18,0	74	36,0	0,9097	54,0	78	67,8
35	18,5	65	36,5	86	54,5	74	68,0
29	19,0	55	37,0	75	55,0	69	68,2
23	19,5	46	37,5	63	55,5	64	68,4
16	20,0	36	38,0	52	56,0	60	68,6
10	20,5	27	38,5	41	56,5	55	68,8
04	21,0	17	39,0	29	57,0	50	69,0
0,9698	21,5	07	39,5	18	57,5	46	69,2
91	22,0	0,9397	40,0	06	58,0	41	69,4
85	22,5	87	40,5	0,8995	58,5	36	69,6
78	23,0	77	41,0	83	59,0	31	69,8

Tabelle XXII. (Fortsetzung.)

Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol	Spez. Gew. bei 15,0° C	Gew.-Proz. Alkohol
0,8727	70,0	0,8544	77,6	0,8355	85,2	0,8154	92,8
22	70,2	39	77,8	50	85,4	49	93,0
17	70,4	34	78,0	45	85,6	43	93,2
12	70,6	29	78,2	40	85,8	38	93,4
07	70,8	24	78,4	35	86,0	32	93,6
03	71,0	19	78,6	30	86,2	26	93,8
0,8698	71,2	15	78,8	25	86,4	21	94,0
93	71,4	10	79,0	20	86,6	15	94,2
89	71,6	05	79,2	14	86,8	09	94,4
84	71,8	00	79,4	09	87,0	04	94,6
79	72,0	0,8495	79,6	04	87,2	0,8098	94,8
74	72,2	90	79,8	0,8299	87,4	92	95,0
69	72,4	85	80,0	94	87,6	87	95,2
65	72,6	80	80,2	89	87,8	81	95,4
60	72,8	75	80,4	83	88,0	75	95,6
55	73,0	71	80,6	78	88,2	69	95,8
50	73,2	65	80,8	73	88,4	63	96,0
46	73,4	60	81,0	68	88,6	58	96,2
41	73,6	56	81,2	62	88,8	52	96,4
36	73,8	51	81,4	57	89,0	46	96,6
31	74,0	46	81,6	52	89,2	40	96,8
26	74,2	41	81,8	46	89,4	34	97,0
22	74,4	36	82,0	41	89,6	28	97,2
17	74,6	31	82,2	36	89,8	22	97,4
12	74,8	26	82,4	30	90,0	16	97,6
07	75,0	21	82,6	25	90,2	10	97,8
02	75,2	16	82,8	20	90,4	04	98,0
0,8597	75,4	11	83,0	14	90,6	0,7998	98,2
93	75,6	06	83,2	09	90,8	92	98,4
88	75,8	01	83,4	03	91,0	86	98,6
83	76,0	0,8396	83,6	0,8198	91,2	80	98,8
78	76,2	91	83,8	93	91,4	74	99,0
73	76,4	86	84,0	87	91,6	67	99,2
68	76,6	81	84,2	82	91,8	61	99,4
63	76,8	76	84,4	76	92,0	55	99,6
59	77,0	71	84,6	71	92,2	49	99,8
54	77,2	65	84,8	65	92,4	43	100,0
49	77,4	60	85,0	60	92,6		

Mischung	100%	99%	98%	97%	96%	95%	94%	93%	92%	91%
26	293,5	289,3	285,1	281,0	276,8	272,7	268,6	264,5	260,4	256,4
27	279,4	275,3	271,2	267,2	263,2	259,2	255,3	251,3	247,4	244,5
28	266,2	262,2	258,3	254,4	250,5	246,7	242,9	239,0	235,2	231,4
29	253,8	250,0	246,2	242,5	238,7	235,0	231,3	227,6	223,9	220,2
30	242,4	238,7	235,0	231,3	227,7	224,1	220,5	216,9	213,4	209,8
31	231,6	228,0	224,4	220,9	217,4	213,9	210,4	206,9	203,5	200,0
32	221,5	218,0	214,5	211,1	207,7	204,3	200,9	197,5	194,2	190,8
33	212,0	208,6	205,2	201,9	198,5	195,2	192,0	188,7	185,4	182,2
34	203,0	199,7	196,4	193,2	189,9	186,7	183,5	180,4	177,2	174,0
35	194,6	191,4	188,2	185,0	181,8	178,7	175,6	172,5	169,4	166,3
36	186,6	183,5	180,3	177,3	174,2	171,1	168,1	165,1	162,1	159,1
37	179,1	176,0	172,9	169,9	166,9	163,9	161,0	158,0	155,1	152,2
38	171,9	168,9	165,9	162,9	160,0	157,1	154,2	151,4	148,5	145,6
39	165,0	162,1	159,2	156,3	153,5	150,6	147,8	145,0	142,2	139,4
40	158,5	155,6	152,8	150,0	147,2	144,4	141,7	139,0	136,2	133,5
41	152,3	149,5	146,7	144,0	141,3	138,5	135,9	133,2	130,5	127,9
42	146,4	143,7	141,0	138,3	135,6	132,9	130,3	127,7	125,1	122,5
43	140,8	138,1	135,4	132,8	130,2	127,6	125,0	122,4	119,9	117,3
44	135,4	132,7	130,1	127,5	125,0	122,4	119,9	117,4	114,9	112,4
45	130,2	127,6	125,1	122,5	120,0	117,5	115,1	112,6	110,2	107,7
46	125,3	122,7	120,2	117,7	115,3	112,8	110,4	108,8	105,6	103,2
47	120,5	118,0	115,6	113,1	110,7	108,3	106,0	103,6	101,3	98,9
48	116,0	113,6	111,1	108,7	106,4	104,0	101,7	99,4	97,1	94,8
49	111,6	109,2	106,8	104,5	102,2	99,9	97,6	95,3	93,1	90,8
50	107,4	105,0	102,7	100,4	98,1	95,9	93,6	91,4	89,2	87,0
51	103,3	101,0	98,7	96,5	94,2	92,0	89,8	87,6	85,5	83,3
52	99,4	97,2	94,9	92,7	90,5	88,3	86,2	84,0	81,9	79,7
53	95,7	93,4	91,2	89,1	86,9	84,8	82,6	80,5	78,4	76,3
54	92,1	89,9	87,7	85,6	83,4	81,3	79,2	77,2	75,1	73,0
55	88,6	86,4	84,3	82,8	80,1	78,0	76,0	73,9	71,9	69,9
56	85,2	83,1	81,0	78,9	76,8	74,8	72,8	70,8	68,8	66,8
57	81,9	79,8	77,8	75,7	73,7	71,7	69,7	67,7	65,8	63,8
58	78,8	76,7	74,7	72,7	70,7	68,7	66,7	64,8	62,9	60,9
59	75,7	73,7	71,7	69,7	67,7	65,8	63,9	62,0	60,1	58,2
60	72,8	70,8	68,8	66,8	64,9	63,0	61,1	59,2	57,3	55,5
61	69,9	67,9	66,0	64,1	62,2	60,3	58,4	56,6	54,7	52,9
62	67,2	65,2	63,3	61,4	59,5	57,6	55,8	54,0	52,2	50,4
63	64,5	62,5	60,6	58,8	56,9	55,1	53,3	51,5	49,7	47,9
64	61,9	59,9	58,1	56,2	54,4	52,6	50,8	49,0	47,3	45,5
65	59,3	57,4	55,6	53,8	52,0	50,2	48,4	46,7	45,0	43,2
66	56,9	55,0	53,2	51,4	49,6	47,9	46,1	44,4	42,7	41,0
67	54,5	52,6	50,8	49,1	47,3	45,6	43,9	42,2	40,5	38,8
68	52,1	50,3	48,6	46,8	45,1	43,4	41,7	40,0	38,4	36,7
69	49,9	48,1	46,4	44,6	42,9	41,2	39,6	37,9	36,3	34,6
70	47,7	45,9	44,2	42,5	40,8	39,1	37,5	35,9	34,8	32,6
71	45,5	43,8	42,1	40,4	38,7	37,1	35,5	33,9	32,3	30,7
72	43,5	41,7	40,1	38,4	36,7	35,1	33,5	32,0	30,4	28,8
73	41,4	39,7	38,1	36,4	34,8	33,2	31,6	30,1	28,5	26,9
74	39,5	37,8	36,1	34,5	32,9	31,3	29,8	28,2	26,7	25,1
75	37,5	35,8	34,2	32,6	31,0	29,5	27,9	26,4	24,9	23,4

Mischung	90%	89%	88%	87%	86%	85%	84%	83%	82%	81%
26	252,3	248,2	244,2	238,1	236,1	232,1	228,1	224,0	220,0	216,0
27	239,6	235,6	231,7	227,8	223,9	220,0	216,1	212,3	208,4	204,5
28	227,7	223,9	220,1	216,3	212,6	208,8	205,1	201,3	197,6	193,8
29	216,6	212,9	209,3	205,6	202,0	198,4	194,7	191,1	187,5	183,9
30	206,3	202,7	199,2	195,6	192,1	188,6	185,1	181,6	178,1	174,6
31	196,6	193,1	189,7	186,3	182,9	179,4	176,0	172,6	169,2	165,8
32	187,5	184,1	180,8	177,5	174,2	170,9	167,6	164,3	161,0	157,7
33	178,9	175,7	172,4	169,2	166,0	162,8	159,6	156,4	153,2	150,0
34	170,9	167,7	164,6	161,4	158,3	155,2	152,0	148,9	145,8	142,7
35	163,3	160,2	157,1	154,1	151,0	148,0	144,9	141,9	138,9	135,9
36	156,1	153,1	150,1	147,1	144,2	141,2	138,2	135,3	132,4	129,4
37	149,3	146,3	143,4	140,5	137,7	134,8	131,9	129,0	126,1	123,3
38	142,8	139,9	137,1	134,3	131,5	128,7	125,8	123,0	120,3	117,5
39	136,6	133,9	131,1	128,3	125,6	122,9	120,1	117,4	114,7	111,9
40	130,8	128,1	125,4	122,7	120,0	117,3	114,6	112,0	109,3	106,7
41	125,2	122,6	119,9	117,3	114,7	112,1	109,4	106,8	104,2	101,6
42	119,9	117,3	114,7	112,2	109,6	107,0	104,5	101,9	99,4	96,9
43	114,8	112,3	109,8	107,2	104,7	102,2	99,7	97,2	94,8	92,3
44	109,9	107,5	105,0	102,5	100,1	97,6	95,2	92,8	90,3	87,9
45	105,3	102,9	100,5	98,0	95,7	93,3	90,9	88,5	86,1	83,7
46	100,9	98,5	96,1	93,7	91,4	89,1	86,7	84,4	82,0	79,7
47	96,6	94,3	91,9	89,6	87,3	85,0	82,7	80,4	78,2	75,9
48	92,5	90,2	87,9	85,7	83,4	81,2	78,9	76,7	74,4	72,2
49	88,6	86,3	84,1	81,9	79,7	77,4	75,2	73,0	70,8	68,6
50	84,8	82,6	80,4	78,2	76,0	73,9	71,7	69,5	67,4	65,2
51	81,1	79,0	76,8	74,7	72,6	70,4	68,3	66,2	64,1	62,0
52	77,6	75,5	73,4	71,3	69,2	67,1	65,0	62,9	60,9	58,8
53	74,2	72,2	70,1	68,0	66,0	63,9	61,9	59,8	57,8	55,8
54	71,0	68,9	66,9	64,9	62,9	60,9	58,8	56,8	54,8	52,8
55	67,8	65,8	63,8	61,8	59,9	57,9	55,9	53,9	52,0	50,0
56	64,8	62,8	60,9	58,9	56,9	55,0	53,1	51,1	49,2	47,3
57	61,9	59,9	58,0	56,1	54,1	52,2	50,3	48,4	46,5	44,6
58	59,0	57,1	55,2	53,3	51,4	49,5	47,7	45,8	43,9	42,1
59	56,3	54,4	52,5	50,7	48,8	47,0	45,1	43,3	41,4	39,6
60	53,6	51,8	49,9	48,1	46,3	44,4	42,6	40,8	39,0	37,2
61	51,0	49,2	47,4	45,6	43,8	42,0	40,2	38,4	36,7	34,9
62	48,6	46,8	45,0	43,2	41,4	39,7	37,9	36,1	34,4	32,6
63	46,1	44,4	42,6	40,8	39,1	37,4	35,6	33,9	32,2	30,5
64	43,8	42,0	40,3	38,6	36,9	35,2	33,4	31,7	30,0	28,4
65	41,5	39,8	38,1	36,4	34,7	33,0	31,3	29,6	28,0	26,3
66	39,3	37,6	35,9	34,2	32,6	30,9	29,2	27,6	26,0	24,3
67	37,1	35,5	33,8	32,2	30,5	28,9	27,2	25,6	24,0	22,4
68	35,0	33,4	31,8	30,1	28,5	26,9	25,3	23,7	22,1	20,5
69	33,0	31,4	29,8	28,2	26,6	25,0	23,4	21,8	20,2	18,7
70	31,0	29,4	27,8	26,2	24,7	23,1	21,5	20,0	18,4	16,9
71	29,1	27,5	26,0	24,4	22,8	21,3	19,7	18,2	16,7	15,1
72	27,2	25,7	24,1	22,6	21,1	19,5	18,0	16,5	15,0	13,5
73	25,4	23,9	22,3	20,8	19,3	17,8	16,3	14,8	13,3	11,8
74	23,6	22,1	20,6	19,1	17,6	16,1	14,6	13,1	11,7	10,2
75	21,9	20,4	18,9	17,4	15,9	14,5	13,0	11,5	10,1	8,6

Mischung	80%	79%	78%	77%	76%	75%	74%	73%	72%	71%
26	212,0	208,0	204,0	200,0	196,0	192,0	188,0	184,0	180,1	176,1
27	200,7	196,8	192,9	189,1	185,2	181,4	177,5	173,7	169,8	166,0
28	190,1	186,4	182,6	178,9	175,2	171,5	167,8	164,0	160,3	156,6
29	180,3	176,7	173,1	169,4	165,8	162,3	158,7	155,1	151,5	147,9
30	171,1	167,6	163,1	160,6	157,1	153,6	150,2	146,7	143,2	139,7
31	162,5	159,1	155,7	152,3	148,9	145,6	142,2	138,8	135,5	132,1
32	154,4	151,1	147,8	144,5	141,3	138,0	134,7	131,5	128,2	124,9
33	146,8	143,6	140,4	137,2	134,0	130,9	127,7	124,5	121,3	118,2
34	139,6	136,5	133,4	130,3	127,2	124,1	121,1	118,0	114,9	111,8
35	132,8	129,9	126,8	123,8	120,8	117,8	114,8	111,8	108,8	105,8
36	126,5	123,6	120,6	117,7	114,8	111,8	108,9	106,0	103,1	100,2
37	120,4	117,6	114,7	111,9	109,0	106,2	103,3	100,5	97,6	94,8
38	114,7	111,9	109,1	106,3	103,5	100,8	98,0	95,2	92,4	89,7
39	109,2	106,5	103,8	101,1	98,3	95,6	92,9	90,2	87,5	84,8
40	104,0	101,4	98,7	96,0	93,4	90,8	88,1	85,5	82,8	80,2
41	99,0	96,5	93,9	91,3	88,7	86,1	83,5	81,0	78,4	75,8
42	94,3	91,8	89,3	86,7	84,2	81,7	79,2	76,6	74,1	71,6
43	89,8	87,3	84,8	82,4	79,9	77,4	75,0	72,5	70,1	67,6
44	85,5	83,1	80,6	78,2	75,8	73,4	71,0	68,6	66,2	63,8
45	81,3	79,0	76,6	74,2	71,9	69,5	67,2	64,8	62,5	60,1
46	77,4	75,1	72,8	70,4	68,1	65,8	63,5	61,2	58,9	56,6
47	73,6	71,3	69,1	66,8	64,5	62,3	60,0	57,7	55,5	53,2
48	70,0	67,8	65,5	63,3	61,1	58,9	56,6	54,4	52,2	50,0
49	66,5	64,3	62,1	59,9	57,7	55,6	53,4	51,2	49,1	46,9
50	63,1	61,0	58,8	56,7	54,5	52,4	50,3	48,2	46,0	43,9
51	59,8	57,8	55,7	53,6	51,5	49,4	47,3	45,2	43,1	41,0
52	56,7	54,7	52,6	50,6	48,5	46,4	44,4	42,3	40,3	38,3
53	53,7	51,7	49,7	47,7	45,6	43,6	41,6	39,6	37,6	35,6
54	50,8	48,9	46,9	44,9	42,9	40,9	38,9	37,0	35,0	33,0
55	48,0	46,1	44,1	42,2	40,2	38,3	36,4	34,4	32,5	30,6
56	45,3	43,4	41,5	39,6	37,7	35,8	33,9	32,0	30,1	28,2
57	42,7	40,9	39,0	37,1	35,2	33,3	31,4	29,6	27,7	25,8
58	40,2	38,4	36,5	34,6	32,8	31,0	29,1	27,3	25,4	23,6
59	37,8	36,0	34,1	32,3	30,5	28,7	26,8	25,0	23,2	21,4
60	35,4	33,6	31,8	30,0	28,2	26,4	24,7	22,9	21,1	19,3
61	33,1	31,4	29,6	27,8	26,1	24,3	22,5	20,8	19,1	17,4
62	30,9	29,2	27,4	25,7	24,0	22,2	20,5	18,8	17,1	15,3
63	28,7	27,1	25,3	23,6	21,9	20,2	18,5	16,8	15,1	13,4
64	26,7	25,0	23,3	21,6	19,9	18,3	16,6	14,9	13,2	11,6
65	24,6	23,0	21,3	19,7	18,0	16,4	14,7	13,1	11,4	9,8
66	22,7	21,0	19,4	17,8	16,1	14,5	12,9	11,3	9,6	8,0
67	20,8	19,2	17,5	15,9	14,3	12,7	11,1	9,5	7,9	6,3
68	18,9	17,3	15,7	14,1	12,5	11,0	9,4	7,8	6,3	4,7
69	17,1	15,5	14,0	12,4	10,8	9,3	7,7	6,2	4,6	3,1
70	15,3	13,8	12,2	10,7	9,2	7,6	6,1	4,6	3,0	1,5
71	13,6	12,1	10,6	9,0	7,5	6,0	4,5	3,0	1,5	
72	11,9	10,5	8,9	7,4	6,0	4,5	3,0	1,5	1,4	79
73	10,3	8,9	7,4	5,9	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	78
74	8,7	7,3	5,8	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	4,2	77
75	7,2	5,8	4,3	2,9	1,4	1,4	2,8	4,3	5,7	76
					Fortsetzung	77%	78%	79%	80%	Mischung

Mischung	70%	69%	68%	67%	66%	65%	64%	63%	62%	61%
26	172,1	168,1	164,2	160,2	156,2	152,2	148,3	144,3	140,4	136,4
27	162,2	158,3	154,5	150,7	146,8	143,0	139,2	135,4	131,6	127,8
28	152,9	149,2	146,5	141,8	138,1	134,4	130,8	127,1	123,4	119,7
29	144,3	140,7	137,2	133,6	130,0	126,4	122,9	119,3	115,8	112,2
30	136,3	132,8	129,4	125,9	122,4	119,0	115,5	112,1	108,6	105,2
31	128,7	125,4	122,0	118,7	115,3	112,1	108,6	105,3	102,0	98,6
32	121,7	118,4	115,2	111,9	108,7	105,4	102,2	98,9	95,7	92,5
33	115,0	111,8	108,7	105,5	102,4	99,2	96,1	92,9	89,8	86,7
34	108,8	105,7	102,6	99,5	96,5	93,4	90,4	87,3	84,3	81,2
35	102,8	99,8	96,9	93,9	90,9	87,9	85,0	82,0	79,0	76,0
36	97,3	94,3	91,4	88,5	85,6	82,7	79,9	77,0	74,1	71,1
37	92,0	89,1	86,3	83,5	80,6	77,8	75,0	72,2	69,4	66,6
38	86,9	84,2	81,4	78,7	75,9	73,2	70,4	67,7	64,9	62,2
39	82,1	79,4	76,8	74,1	71,4	68,7	66,0	63,4	60,7	58,0
40	77,6	75,0	72,3	69,7	67,1	64,5	61,9	59,3	56,6	54,0
41	73,2	70,7	68,1	65,6	63,0	60,5	57,9	55,4	52,8	50,3
42	69,1	66,6	64,1	61,6	59,1	56,6	54,1	51,6	49,1	46,7
43	65,2	62,6	60,3	57,8	55,4	52,9	50,5	48,1	45,6	43,2
44	61,4	59,0	56,6	54,2	51,8	49,4	47,0	44,7	42,8	39,9
45	57,8	55,4	53,1	50,7	48,4	46,1	43,8	41,4	39,1	36,8
46	54,3	52,0	49,7	47,4	45,1	42,9	40,6	38,3	36,0	33,8
47	51,0	48,7	46,5	44,3	42,0	39,8	37,6	35,3	33,1	30,9
48	47,8	45,6	43,4	41,2	39,0	36,8	34,6	32,5	30,3	28,1
49	44,7	42,6	40,4	38,3	36,1	34,0	31,8	29,7	27,6	25,4
50	41,8	39,7	37,6	35,5	33,4	31,3	29,2	27,1	25,0	22,9
51	39,0	36,9	34,8	32,7	30,7	28,6	26,6	24,5	22,4	20,4
52	36,2	34,2	32,2	30,1	28,1	26,1	24,1	22,0	20,0	18,0
53	33,6	31,6	29,6	27,6	25,6	23,6	21,7	19,7	17,7	15,7
54	31,1	29,1	27,2	25,2	23,2	21,3	19,3	17,4	15,5	13,5
55	28,6	26,7	24,8	22,9	20,9	19,0	17,1	15,2	13,3	11,4
56	26,3	24,4	22,5	20,6	18,7	16,8	14,9	13,1	11,1	9,3
57	24,0	22,1	20,3	18,4	16,6	14,7	12,9	11,0	9,2	7,3
58	21,8	19,9	18,1	16,3	14,5	12,6	10,8	9,0	7,2	5,4
59	19,6	17,8	16,0	14,2	12,5	10,7	8,9	7,1	5,3	3,5
60	17,6	15,8	14,0	12,3	10,5	8,7	7,0	5,2	3,5	1,7
61	15,6	13,8	12,1	10,4	8,6	6,9	5,2	3,4	1,7	
62	13,6	11,9	10,2	8,5	6,8	5,1	3,4	1,7	1,3	89
63	11,7	10,1	8,4	6,7	5,0	3,3	1,7	1,3	2,6	88
64	9,9	8,3	6,6	4,9	3,3	1,6	1,3	2,6	3,9	87
65	8,1	6,5	4,9	3,2	1,6	1,3	2,5	3,9	5,2	86
66	6,4	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,2	6,6	85
67	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,3	6,6	8,0	84
68	3,1	1,6	1,3	2,7	4,0	5,3	6,7	8,0	9,4	83
69	1,5	1,3	2,7	4,0	5,4	6,7	8,1	9,4	10,8	82
	1,3	2,7	4,0	5,4	6,8	8,1	9,5	10,9	12,3	81
1,4	2,7	4,1	5,5	6,8	8,2	9,6	11,0	12,4	13,8	80
2,7	4,1	5,5	6,9	8,3	9,7	11,1	12,5	13,9	15,3	79
4,2	5,6	7,0	8,4	9,8	11,2	12,6	14,0	15,5	16,9	78
5,6	7,0	8,4	9,9	11,3	12,7	14,2	15,6	17,1	18,5	77
7,1	8,5	10,0	11,4	12,9	14,3	15,8	17,2	18,7	20,2	76
81%	82%	83%	84%	85%	86%	87%	88%	89%	90%	Mischung

Mischung	60%	59%	58%	57%	56%	55%	54%	53%	52%	51%
26	132,5	128,5	124,6	120,6	116,7	112,7	108,8	104,9	100,9	97,0
27	123,9	120,1	116,3	112,5	108,7	104,9	101,1	97,3	93,6	89,8
28	116,0	112,3	108,7	105,0	101,3	97,7	94,0	90,3	86,7	83,0
29	108,6	105,1	101,5	98,0	94,4	90,9	87,4	83,8	80,3	76,8
30	101,8	98,3	94,9	91,4	88,0	84,6	81,2	77,7	74,3	70,9
31	95,3	92,0	88,6	85,3	82,0	78,7	75,3	72,0	68,7	65,4
32	89,2	86,0	82,8	79,6	76,3	73,1	69,9	66,7	63,5	60,3
33	83,5	40,4	77,3	74,1	71,0	67,9	64,8	61,6	58,5	55,4
34	78,2	75,1	72,1	69,0	66,0	63,0	59,9	56,9	53,9	50,8
35	73,1	70,1	67,2	64,2	61,3	58,3	55,4	52,4	49,5	46,5
36	68,3	65,4	62,5	59,7	56,8	53,9	51,1	48,2	45,3	42,5
37	63,8	61,0	58,2	55,4	52,6	49,8	47,0	44,2	41,4	38,6
38	59,5	56,7	54,0	51,3	48,5	45,8	43,1	40,4	37,7	34,9
39	55,4	52,7	50,0	47,4	44,7	42,0	39,4	36,8	34,1	31,5
40	51,5	48,8	46,2	43,7	41,1	38,5	35,9	33,3	30,7	28,1
41	47,7	45,2	42,7	40,1	37,6	35,1	32,5	30,0	27,5	25,0
42	44,2	41,7	39,2	36,8	34,3	31,8	29,3	26,9	24,4	22,0
43	40,8	38,4	36,0	33,5	31,1	28,7	26,3	23,9	21,5	19,1
44	37,6	35,2	32,8	30,4	28,1	25,7	23,4	21,0	18,7	16,3
45	34,5	32,1	29,8	27,5	25,2	22,9	20,6	18,3	16,0	13,7
46	31,5	29,2	27,0	24,7	22,4	20,2	17,9	15,7	13,4	11,2
47	28,7	26,4	24,2	22,0	19,8	17,6	15,4	13,2	11,0	8,8
48	25,9	23,7	21,6	19,4	17,2	15,1	12,9	10,8	8,6	6,4
49	23,3	21,2	19,0	16,9	14,8	12,7	10,5	8,4	6,3	4,2
50	20,8	18,7	16,6	14,5	12,4	10,4	8,3	6,2	4,1	2,1
51	18,8	16,3	14,2	12,2	10,2	8,1	6,1	4,1	2,0	
52	16,0	14,0	12,0	10,0	8,0	6,0	4,0	2,0	1,3	99
53	13,8	11,8	9,8	7,8	5,9	3,9	1,9	1,3	2,6	98
54	11,6	9,6	7,7	5,8	3,9	1,9	1,3	2,6	3,9	97
55	9,5	7,6	5,7	3,8	1,9	1,3	2,5	3,8	5,2	96
56	7,5	5,6	3,7	1,9	1,2	2,5	3,8	5,1	6,5	95
57	5,5	3,7	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,8	94
58	3,6	1,8	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	93
59	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,5	92
	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	91
1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	13,2	90
2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,4	11,8	13,2	14,6	89
3,8	5,2	6,5	7,8	9,1	10,4	11,8	13,2	14,7	16,1	88
5,2	6,5	7,8	9,1	10,4	11,8	13,2	14,6	16,0	17,5	87
6,5	7,8	9,1	10,5	11,9	13,2	14,6	16.1	17,5	19,0	86
7,9	9,2	10,6	11,9	13,3	14,7	16,1	17,5	10,0	20,5	85
9,3	10,7	12,0	13,4	14,8	16,2	17,6	19,1	20,5	22,0	84
10,7	12,1	13,5	14,9	16,3	17,7	19,1	20,6	22,1	23,6	83
12,2	13,6	15,0	16,4	17,8	19,2	20,7	22,2	23,7	25,2	82
13,7	15,1	16,5	17,9	19,4	20,8	22,3	23,8	25,3	26,8	81
15,2	16,6	18,1	19,5	20,9	22,4	23,9	25,4	27,0	28,5	80
16,7	18,2	19,6	21,1	22,6	24,0	25,6	27,1	28,6	30,2	79
18,4	19,8	21,3	22,8	24,2	25,7	27,3	28,8	30,4	32,0	78
20,0	21,5	23,0	24,4	25,9	27,5	29,0	30,6	32,2	33,8	77
21,7	23,2	24,7	26,2	27,7	29,2	30,8	32,4	34,0	35,6	76
91%	92%	93%	94%	95%	96%	97%	98%	99%	100%	Mischung

XXV.

Faktorentabelle

zur

Berechnung gesuchter Substanzen aus den gefundenen.

Tabelle

Zur Berechnung gesuchter

Gefunden	Gesucht	1.	2.
Ammoniak NH_3	Stickstoff N	0,8225	1,6450
Arsens. Ammon-Magnesium $2MgNH_4AsO_4 + H_2O$	Arsen $2As$	0,3938	0,7876
Chlor Cl	Chlorkalium KCl	2,1026	4,2052
Chlor Cl	Chlornatrium $NaCl$	1,6486	3,3004
Chlorkalium $2KCl$	Kaliumoxyd K_2O	0,6317	1,2634
Chlorkalium $2KCl$	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	0,9268	1,8536
Chlornatrium $2NaCl$	Kohlensaures Natrium Na_2CO_3	0,9066	1,8132
Kalium $2K$	Kaliumoxyd K_2O	1,2046	2,4092
Kaliumoxyd K_2O	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	1,4671	2,9342
Kaliumoxyd K_2O	Salpetersaures Kalium $2KNO_3$	2,1467	4,2934
Kaliumplatinchlorid $2KCl, PtCl_4$	Chlorkalium $2KCl$	0,3069	0,6138
Kaliumplatinchlorid $2KCl, PtCl_4$	Kaliumoxyd K_2O	0,1938	0,3876
Kaliumplatinchlorid $2KCl, PtCl_4$	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	0,2844	0,5688
Gefunden	Gesucht	1.	2.

XXV.

Substanzen aus den gefundenen.

3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
2,4675	3,2900	4,1125	4,9350	5,7575	6,5800	7,4025
1,1814	1,5752	1,9690	2,3628	2,7566	3,1504	3,5442
6,3078	8,4104	10,5130	12,6156	14,7182	16,8208	18,9234
4,9506	6,6008	8,2510	9,9012	11,5514	13,2016	14,8518
1,8951	2,5268	3,1585	3,7902	4,4219	5,0536	5,6853
2,7804	3,7072	4,6340	5,5608	6,4876	7,4144	8,3412
2,7198	3,6264	4,5330	5,4396	6,3462	7,2528	8,1594
3,6138	4,8184	6,0230	7,2276	8,4322	9,6368	10,8414
4,4013	5,8684	7,3355	8,8026	10,2697	11,7368	13,2039
6,4401	8,5868	10,7335	12,8802	15,0269	17,1736	19,3203
0,9207	1,2276	1,5345	1,8414	2,1483	2,4552	2,7621
0,5814	0,7752	0,9690	1,1628	1,3566	1,5504	1,7442
0,8532	1,1376	1,4220	1,7064	1,9908	2,2752	2,5596
3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.

Gefunden	Gesucht	1.	2.
Kalk (Calciumoxyd) CaO	Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	1,7845	3,5690
Kieselsäure SiO_2	Kieselsaures Kalium K_2SiO_3	2,5622	5,1244
Kieselsaures Kalium K_2SiO_3	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	0,8945	1,7890
Kohlensäure CO_2	Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	2,2748	4,5496
Kohlensäure CO_2	Kohlensaures Natrium Na_2CO_3	2,4091	4,8182
Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	Kalk (Calciumoxyd) CaO	0,5604	1,1208
Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	Kohlensäure CO_2	0,4396	0,8792
Kohlensaures Kalium K_2CO_3	Kaliumoxyd K_2O	0,6816	1,3632
Kohlensaures Kalium K_2CO_3	Kohlensäure CO_2	0,3184	0,6368
Kohlensaures Magnesium $MgCO_3$	Magnesiumoxyd MgO	0,4782	0,9564
Kohlensaures Magnesium $MgCO_3$	Kohlensäure CO_2	0,5218	1,0436
Kohlensaures Natrium Na_2CO_3	Kohlensäure CO_2	0,4151	0,8302
Kupferoxyd CuO	Kupfer Cu	0,7989	1,5978
Magnesiumoxyd MgO	Kohlensaures Magnesium $MgCO_3$	2,0913	4,1826
Natriumhydrat $2NaOH$	Kohlensaures Natrium Na_2CO_3	1,3247	2,6494
Gefunden	Gesucht	1.	2.

3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
5,3535	7,1380	8,9225	10,7060	12,4905	14,2750	16,0595
7,6866	10,2488	12,8110	15,3732	17,9354	20,4976	23,0598
2,6835	3,5780	4,4725	5,3670	6,2615	7,1560	8,0505
6,8244	9,0992	11,3740	13,6488	15,9236	18,1984	20,4732
7,2273	9,6364	12,0455	14,4546	16,8637	19,2728	21,6819
1,6812	2,2416	2,8020	3,3624	3,9228	4,4832	5,0436
1,3188	1,7584	2,1980	2,6376	3,0772	3,5168	3,9564
2,0448	2,7264	3,4080	4,0896	4,7712	5,4528	6,1344
0,9552	1,2736	1,5920	1,9104	2,2288	2,5472	2,8656
1,4346	1,9128	2,3910	2,8692	3,3474	3,8256	4,3038
1,5654	2,0872	2,6090	2,1308	3,6526	4,1744	4,6962
1,2453	1,6604	2,0755	2,4906	2,9057	3,3208	3,7359
2,3967	3,1956	3,9945	4,7934	5,5923	6,3912	7,1901
6,2739	8,3652	10,4565	12,5478	14,6391	16,7304	18,8217
3,9741	5,2988	6,6235	7,9482	9,2729	10,5976	11,9223
3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.

Gefunden	Gesucht	1.	2.
Oxalsaures Calcium $CaC_2O_4 + H_2O$	Calciumoxyd CaO	0,3839	0,7678
Oxalsaures Calcium $CaC_2O_4 + H_2O$	Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	0,6851	1,3702
Phosphorsäure P_2O_5	Phosphorsaures Kalium $2(K_3PO_4)$	2,9901	5,9802
Phosphorsäure P_2O_5	Phosphorsaures Calcium $Ca_3P_2O_8$	2,1850	4,3700
Phosphorsaures Kalium $2(K_3PO_4)$	Kohlensaures Kalium $3(K_2CO_3)$	0,9764	1,9528
Pyrophosphors. Magnesium $Mg_2P_2O_7$	Kohlensaures Magnesium $2MgCO_3$	0,7574	1,5148
Pyrophosphors. Magnesium $Mg_2P_2O_7$	Magnesiumoxyd $2MgO$	0,3622	0,7244
Pyrophosphors. Magnesium $Mg_2P_2O_7$	Phosphorsäure P_2O_5	0,6378	1,2756
Pyrophosphors. Magnesium $Mg_2P_2O_7$	Phosphorsaures Calcium $Ca_3P_2O_8$	1,3936	2,7872
Pyrophosphors. Magnesium $Mg_2P_2O_7$	Phosphorsaures Kalium $2(K_3PO_4)$	1,9071	3,8142
Quecksilber $2Hg$	Ammoniak NH_3	0,0426	0,0852
Salpetersäure N_2O_5	Stickstoff $2N$	0,2594	0,5188
Salpetersaures Natrium $NaNO_3$	Stickstoff N	0,1648	0,3296
Schwefelkalium K_2S	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	1,2533	2,5066
Schwefelsäure SO_3	Schwefelsaures Calcium $CaSO_4$	1,7005	3,4010
Schwefelsäure SO_3	Schwefelsaures Kalium K_2SO_4	2,1765	4,3530
Gefunden	Gesucht	1.	2.

3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
1,1507	1,5356	1,9195	2,3034	2,6873	3,0712	3,4551
2,0553	2,7404	3,4255	4,1106	4,7957	5,4808	6,1659
8,9703	11,9604	14,9505	17,9406	20,9307	23,9208	26,9109
6,5550	8,7400	10,9250	13,1100	15,2950	17,4800	19,6650
2,9292	3,9056	4,8820	5,8584	6,8348	7,8112	8,7876
2,2722	3,0296	3,7870	4,5444	5,3018	6,0592	6,8166
1,0866	1,4488	1,8110	2,1732	2,5354	2,8976	3,2598
1,9134	2,5512	3,1890	3,8268	4,4646	5,1024	5,7402
4,1808	5,5744	6,9680	8,3616	9,7552	11,1488	12,5424
5,7213	7,6284	9,5355	11,4426	13,3497	15,2568	17,1639
0,1278	0,1704	0,2130	0,2556	0,2982	0,3408	0,3834
0,7782	1,0376	1,2970	1,5564	1,8158	2,0752	2,3346
0,4944	0,6592	0,8240	0,9888	1,1536	1,3184	1,4832
3,7599	5,0132	6,2665	7,5198	8,7731	10,0264	11,2797
5,1015	6,8020	8,5025	10,2030	11,9035	13,6040	15,3045
6,5295	8,7060	10,8825	13,0590	15,2355	17,4120	19,5885
3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.

Gefunden	Gesucht	1.	2.
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefel S	0,1374	0,2748
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefelcalcium CaS	0,3021	0,6182
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefelsäure SO_3	0,3430	0,6860
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefelsaures Calcium $CaSO_4$	0,5833	1,1666
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefelsaures Kalium K_2SO_4	0,7465	1,4930
Schwefelsaures Baryum $BaSO_4$	Schwefelsaures Natrium Na_2SO_4	0,6086	1,2172
Schwefelsaures Calcium $CaSO_4$	Calciumoxyd CaO	0,4119	0,8238
Schwefelsaures Calcium $CaSO_4$	Kohlensaures Calcium $CaCO_3$	0,7351	1,4702
Schwefelsaures Calcium $CaSO_4$	Kohlensaures Natrium Na_2SO_3	0,7785	1,5570
Schwefelsaures Kalium K_2SO_4	Kohlensaures Kalium K_2CO_3	0,7930	1,5860
Schwefelsaures Kalium K_2SO_4	Schwefelkalium K_2S	0,6328	1,2656
Stickstoff N	Ammoniak NH_3	1,2158	2,4316
Stickstoff N	Natronsalpeter $NaNO_3$	6,0678	12,1356
Stickstoff $2N$	Salpetersäureanhydrid N_2O_5	3,8551	7,7102
Stickstoff $2N$	Schwefelsaures Ammon $(NH_4)_2SO_4$	4,7164	9,4328
Gefunden	Gesucht	1.	2.

3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
0,4122	0,5496	0,6870	0,8244	0,9618	1,0992	1,2366
0,9273	1,2364	1,5455	1,8546	2,1637	2,4728	2,7819
1,0290	1,3720	1,7150	2,0582	2,4012	2,7442	3,0872
1,7499	2,3332	2,9165	3,4998	4,0831	4,6664	5,2497
2,2395	2,9860	3,7325	4,4790	5,2255	5,9720	6,7185
1,8258	2,4344	3,0430	3,6516	4,2602	4,8688	5,4774
1,2357	1,6476	2,0595	2,4714	2,8833	3,2952	3,7071
2,2053	2,9404	3,6755	4,4106	5,1457	5,8808	6,6159
2,3355	3,1140	3,8925	3,6710	5,4495	6,2280	7,0065
2,3790	3,1720	3,9650	4,7580	5,5510	6,3440	7,1370
1,8984	2,5312	3,1640	3,7968	4,4296	5,0624	5,6952
3,6474	4,8632	6,0790	7,2948	8,5106	9,7264	10,9422
18,2034	24,2712	30,3390	36,4068	42,4746	48,5424	54,6102
11,5653	15,4204	19,2755	23,1306	26,9857	30,8408	34,6959
14,1492	18,8656	23,5820	28,2984	33,0148	37,7312	42,4476
3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.

ALPHABETISCHES SACHREGISTER.



